УДК: 539.388.2

DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2022-1-39-51

# ВЛИЯНИЕ МНОГОПРОХОДНОЙ ФРИКЦИОННОЙ ПЕРЕМЕШИВАЮЩЕЙ ОБРАБОТКИ НА ФОРМИРОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СПЛАВА ВТ6

# © 2022 г. А.П. Зыкова, А.В. Воронцов, А.В. Чумаевский, Д.А. Гурьянов, А.В. Гусарова, Н.Л. Савченко, Е.А. Колубаев

Институт физики прочности и материаловедения (ИФПМ) СО РАН, г. Томск, Россия

Статья поступила в редакцию 17.05.21 г., доработана 31.08.21 г., подписана в печать 23.09.21 г.

Аннотация: Фрикционная перемешивающая обработка (ΦΠΟ) – это передовая технология поверхностного изменения микроструктуры металлов и сплавов для улучшения механических и эксплуатационных свойств. Предыдущие работы по обработке титановых сплавов показали, что варьирование технологических параметров ΦΠΟ (таких, как скорость вращения, скорость перемещения и сила прижима инструмента) значительно влияет на эволюцию микроструктуры и механические свойства BT6. Однако влияние многопроходной ΦΠО на сплав BT6 не было изучено. Поэтому в работе исследовано влияние четырехпроходной ΦΠО титанового сплава BT6 на эволюцию микроструктуры, механические свойства и износостойкость этого сплава. Анализ микроструктуры показал, что зоне перемешивания формируется неоднородная микроструктура с динамически рекристаллизованными равноосными α-зернами, β-зернами и β-областями с α-фазой игольчатого и ламинарного типов, что связано с температурным градиентом зоны перемешивания в процессе ФПО. Установлено, что с увеличением количества проходов ФПО до 3 раз наблюдается повышение предела прочности (до 1173 МПа) и износостойкости (на 33 %). Улучшение предела прочности образцов после 3 проходов ФПО обусловлено уменьшением размеров зерен в зоне перемешивания на 88 % по сравнению с исходным BT6. Показано, что после 4 проходов ФПО в зоне перемешивания происходит увеличение размеров зерен и понижение предела прочности до 686 МПа, что связано с образованием крупных дефектов по контуру потоков металла. При этом износостойкость BT6 после 4 проходов ФПО возрастает на 39 % по сравнению с исходным материалом.

Ключевые слова: фрикционная перемешивающая обработка, титановые сплавы, фазовые превращения, размер зерна, износостойкость, предел прочности.

Зыкова А.П. – канд. физ.-мат. наук, ст. науч. сотр. лаборатории структурного дизайна перспективных материалов Института физики прочности и материаловедения (ИФПМ) СО РАН (634055, г. Томск, пр. Академический, 2/4). E-mail: zykovaap@mail.ru.

**Воронцов А.В.** – аспирант, мл. науч. сотр. лаборатории локальной металлургии в аддитивных технологиях ИФПМ СО РАН. E-mail: vav@ispms.ru.

Чумаевский А.В. – канд. техн. наук, науч. сотр. лаборатории локальной металлургии в аддитивных технологиях ИФПМ СО РАН. E-mail: tch7av@gmail.com.

**Гурьянов Д.А.** – аспирант, мл. науч. сотр. лаборатории локальной металлургии в аддитивных технологиях ИФПМ СО РАН. E-mail: desa-93@mail.ru.

**Гусарова А.В.** – аспирант, мл. науч. сотр. лаборатории локальной металлургии в аддитивных технологиях ИФПМ СО РАН. E-mail: gusarova@ispms.ru.

**Савченко Н.Л.** – докт. техн. наук, вед. науч. сотр. лаборатории контроля качества материалов и конструкций ИФПМ СО РАН. E-mail: savnick@ispms.ru.

Колубаев Е.А. – докт. техн. наук, зав. лабораторией локальной металлургии в аддитивных технологиях ИФПМ СО РАН. E-mail: eak@ispms.ru.

Для цитирования: Зыкова А.П., Воронцов А.В., Чумаевский А.В., Гурьянов Д.А., Гусарова А.В., Савченко Н.Л., Колубаев Е.А. Влияние многопроходной фрикционной перемешивающей обработки на формирование микроструктуры и механические свойства сплава ВТ6. Известия вузов. Цветная металлургия. 2022. Т. 28. No. 1. С. 39–51. DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2022-1-39-51.

## Influence of multi-pass friction stir processing on the formation of microstructure and mechanical properties of Ti6Al4V alloy

A.P. Zykova, A.V. Vorontsov, A.V. Chumaevskii, D.A. Gurianov, A.V. Gusarova, N.L. Savchenko, E.A. Kolubaev

Institute of Strength Physics and Materials Science of Siberian Branch of Russian Academy of Sciences (ISPMS SB RAS), Tomsk, Russia

Received 17.05.2021, revised 31.08.2021, accepted for publication 23.09.2021

Abstract: Friction stir processing (FSP) is an advanced technology for altering the surface microstructure of metals and alloys to improve mechanical and performance properties. Previous research on titanium alloy processing showed that varying the FSP process parameters (such as rotational speed, movement speed and tool contact force) significantly affects the Ti–6Al–4V microstructure evolution and mechanical properties. However, the effect of multipass FSP on the Ti–6Al–4V alloy was not studied. Therefore, this paper studies the effect of four-pass FSP of the Ti–6Al–4V titanium alloy on the microstructure evolution, mechanical properties and wear resistance of this alloy. Microstructure analysis showed that the stirring zone forms heterogeneous microstructure with dynamically recrystallized equiaxed  $\alpha$  grains,  $\beta$  grains and  $\beta$  areas with  $\alpha$  phase of needle and laminar type, which is associated with the stirring zone temperature gradient during FSP. It was found that an increase in the number of FSP passes up to 3 times improves the ultimate tensile strength (up to 1173 MPa) and wear resistance (by 33 %). The improved ultimate tensile strength of samples after 3 FSP passes is caused by grain size reduction in the stirring zone by 88 % compared to the initial Ti–6Al–4V alloy. It was shown that after 4 FSP passes the grain size increases and the ultimate tensile strength decreases to 686 MPa in the stirring zone, which is associated with large defects formed along the contour of metal flows. At the same time the Ti–6Al–4V wear resistance after 4 FSP passes increases by 39 % compared to the raw material.

Keywords: friction stirring processing, titanium alloys, phase transformations, grain size, wear resistance, ultimate strength.

**Zykova A.P.** – Cand. Sci. (Phys.-Math.), researcher of the Laboratory of structural design and advanced materials of the Institute of Strength Physics and Materials Science of Siberian Branch of Russian Academy of Sciences (ISPMS SB RAS) (634055, Russia, Tomsk, Akademicheskii pr., 2/4). E-mail: zykovaap@mail.ru.

**Vorontsov A.V.** – postgraduate student, junior researcher of the Laboratory of local metallurgy in additive technologies of the ISPMS SB RAS. E-mail: vav@ispms.ru.

**Chumaevskii A.V.** – Cand. Sci. (Eng.), researcher of the Laboratory of local metallurgy in additive technologies of the ISPMS SB RAS. E-mail: tch7av@gmail.com.

**Gurianov D.A.** – postgraduate student, junior researcher of the Laboratory of local metallurgy in additive technologies of the ISPMS SB RAS. E-mail: desa-93@mail.ru.

**Gusarova A.V.** – postgraduate student, junior researcher of the Laboratory of local metallurgy in additive technologies of the ISPMS SB RAS. E-mail: gusarova@ispms.ru.

Savchenko N.L. – Dr. Sci. (Eng.), leading researcher of the Laboratory for quality control of materials and structures of the ISPMS SB RAS. E-mail: savnick@ispms.ru.

Kolubaev E.A. – Dr. Sci. (Eng.), head of the Laboratory of local metallurgy in additive technologies of the ISPMS SB RAS. E-mail: eak@ispms.ru.

For citation: Zykova A.P., Vorontsov A.V., Chumaevskii A.V., Gurianov D.A., Gusarova A.V., Savchenko N.L., Kolubaev E.A. Influence of multi-pass friction stir processing on the formation of microstructure and mechanical properties of Ti6Al4V alloy. *Izvestiya Vuzov. Tsvetnaya Metallurgiya (Izvestiya. Non-Ferrous Metallurgy).* 2022. Vol. 28. No. 1. P. 39–51 (In Russ.). DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2022-1-39-51.

#### Введение

Титановый сплав ВТ6 является привлекательным конструкционным материалом в различных областях современной промышленности благодаря превосходному балансу прочности и пластичности в сочетании с низкой плотностью, высокой вязкостью разрушения, усталостными характеристиками, коррозионной стойкостью и немагнитными свойствами. Эти сплавы наиболее широко применяются в аэрокосмической, химической, медицинской, автомобильной и военной отраслях. Тем не менее сплав ВТ6 имеет плохие свойства поверхностного износа при использовании его в суровых условиях [1], что ограничивает срок службы изделий. В большинстве случаев применения ВТ6 достаточно или даже желательно усилить только поверхностный слой, в то время как другая часть сплава сохраняет свой первоначальный состав и структуру с высокой ударной вязкостью. Учитывая, что износостойкость зависит от сопротивления процессу разрушения или отделения материала с поверхности твердого тела, модификация поверхности может обеспечить решение, позволяющее увеличить долговечность изделий из сплава BT6.

В настоящее время технологии сварки трением с перемешиванием (СТП) и фрикционной перемешивающей обработки (ФПО) хорошо зарекомендовали себя как высокоэффективные сварочная и обрабатывающая технологии, позволяющие производить высококачественные сварные швы [2-5] и композиционные материалы [6-8] из титановых сплавов BT6 с отличными эксплуатационными характеристиками. ФПО может быть использована для повышения износостойкости скольжения и твердости поверхности сплавов путем изменения микроструктурных характеристик поверхности — таких, как измельчение зерна и деформационное упрочнение [9-12]. В работе [12] при обработке сплава ВТ6 за счет динамической рекристаллизации была получена ультратонкая микроструктура, состоящая из α-зерен (~0,51 мкм) и небольшого количества β-фазы с высокой долей высокоугловых межзеренных границ (89,3 %). Технология ФПО при обработке чистого титана может быть эффективна как при высоких (>250 об/ мин) [11, 13], так и при низких (<250 об/мин) скоростях вращения инструмента [11]. При скорости вращения 180 об/мин зерна в зоне перемешивания уменьшаются на 82 % (с 33,1 до 5,8 мкм), микротвердость увеличивается на 27 %, а предел текучести — на 71,7 % [11]. В работе [13] было изучено влияние трех проходов ФПО на микроструктуру и износостойкость чистого титана и установлено, что после такой обработки более высокие износостойкость и микротвердость образцов коррелируют с меньшим размером зерна.

Литературный обзор показал отсутствие данных по многопроходной ФПО титана марки ВТ6. Поэтому целью работы являлось исследование влияния многопроходной фрикционной перемешивающей обработки на эволюцию микроструктуры, механические свойства и износостойкость титанового сплава ВТ6.

#### Материалы и методы исследования

В работе исследовали промышленные пластины ВТ6 размером 60×300×2,5 мм<sup>3</sup> следующего химического состава, мас.%: 5,18 Al, 4,45 V, 0,228 Fe, 0,104 Ni, 0,002 Zr, ост. Тi. Их микроструктура в исходном состоянии характеризовалась первичными зернами  $\alpha$ -фазы со средним размером 4,5 ± 1,7 мкм и зернограничной  $\beta$ -фазой со средним размером 1,4 ± 0,7 мкм (рис. 1, *a*).

Фрикционную перемешивающую обработку заготовок из ВТ6 проводили в ИФПМ СО РАН на оборудовании для сварки трением с перемешиванием (рис. 1,  $\delta$ ) с использованием технологических режимов, представленных в таблице. Четырехпроходную обработку ВТ6 выполняли последовательными проходами ФПО строго по предыдущему треку обработки со 100 %-ным перекрытием зоны перемешивания. Таким образом, эксперимент был проведен в 4 этапа и заключался только в вариации количества проходов ФПО от 1 до 4. Во избежание перегрева инструмента использовали систему его водяного охлаждения. Чистый аргон применяли в качестве защитного газа для предотвращения окисления обрабатываемой пластины ВТ6 и пина инструмента в процессе ФПО.

Микроструктурные характеристики обработанного ВТ6 исследовали с помощью оптической микроскопии на металлографическом цифровом микроскопе «Altami Met 1S» (ООО «Альтами»,



**Рис. 1.** Микроструктура исходной пластины ВТ6 (*a*) и схема процесса ФПО сплава ВТ6 (*б*)

Fig. 1. Microstructure of initial Ti-6A1-4V plate (*a*) and flow chart of Ti-6A1-4V alloy FSP ( $\delta$ )

Образец	Номер прохода	Осевое усилие на инструменте, Н	Скорость вращения инструмента, об/мин	Скорость перемещения, мм/мин
BT6-1	1	2300	375	86
BT6-2	2	2300	375	86
BT6-3	3	2300	375	86
BT6-4	4	2300	375	86

Параметры процесса фрикционной перемешивающей обработки

Friction stir processing parameters

г. С.-Петербург). Поперечные сечения образцов вырезали электроэрозионным методом и готовили стандартным металлографическим способом. Тонкие фольги, вырезанные в зонах перемешивания, были приготовлены сфокусированным ионным пучком и проанализированы с помощью просвечивающей электронной микроскопии на микроскопе JEOL-2100 (JEOL Ltd., Япония). Рентгенофазовый анализ проводили на рентгеновском дифрактометре ДРОН-7 (НПП «Буревестник», г. С.-Петербург) с шагом угла 0,05° в интервале углов  $2\theta = 40 \div 100^{\circ}$  при экспозиции 10 с. После получения рентгенограмм рассчитывали объемную долю  $\alpha(\alpha')/\beta$ -фаз титана по значениям интегральных интенсивностей соответствующих рефлексов [14]. Для определения наличия а сфазы воспользовались оценкой соотношения с/а гексагональной решетки α-фазы титана [15].

Микротвердость измеряли на микротвердомере «Duramin-5» (Strues, Дания) с нагрузкой на индентор 50 г и временем его выдержки под нагрузкой 10 с. Измерения проводили только в зоне перемешивания для получения среднего значения микротвердости, число уколов для каждого образца составляло 30 шт.

Образцы для испытаний на одноосное растяжение вырезали из соединений в поперечном направлении таким образом, чтобы сварное соединение располагалось в центре рабочей части образца. Испытания на одноосное растяжение осуществляли на универсальной испытательной машине УТС-110М-100 (ООО «Тестсистемы», г. Иваново). Испытания на трение проводили с помощью трибометра «TRIBOtechnic» (Франция) по схеме «диск-палец». Пальцем служил образец титанового сплава ВТ6 после ФПО, а диск вырезали на электроэрозионном станке из необработанной промышленной пластины титанового сплава ВТ6. Скорость скольжения составляла 94 м/мин при величине нормальной нагрузки 15 Н. Общая длина пути трения для каждого образца составляла 5600 м.

### Результаты и их обсуждение

Предварительные испытания по подбору параметров обработки ВТ6 выполнялись с более низкими значениями осевого усилия на инструменте (1900—2250 кг) и более высокими скоростями вращения и перемещения инструмента (400— 550 об/мин, 90 мм/мин). При таких параметрах обработанные пластины ВТ6 имели типичные дефекты для процесса ФПО: канал, грат, чрезмерное всплывание/погружение инструмента. При увеличении значения осевого усилия на инструменте до 2300 кг и уменьшении скоростей вращения и перемещения инструмента до 375 об/мин и 86 мм/мин при однопроходной ФПО удалось получить бездефектную обработанную поверхность ВТ6.

Параметры ФПО определяют эволюцию структурных  $\alpha$ - и  $\beta$ -фаз пластифицированного титана, а также эффективность перемешивания. После первого прохода ФПО ВТ6 была зафиксирована максимальная сила сопротивления обработке ( $F_x = 600 \div 700$  кг), а также наибольшая температура поверхности обработанных дорожек ( $t = 1050 \div 1250$  °C) (рис. 2). Последующие 2—4 прохода ФПО характеризовались последовательным снижением значений силы  $F_x$  (рис. 2,  $\delta$ ), при этом температура практически не менялась и варьировалась в диапазоне  $t = 750 \div 950$  °C (рис. 2, a).

На рис. 3 представлены макроскопические изображения структуры поперечного сечения обработанных пластин ВТ6, на которых можно выделить зону перемешивания (ЗП), зону термического влияния (ЗТВ) и основной металл (ОМ). В области ЗТВ на материал влияет температура процесса ФПО, а микроструктура не имеет явных признаков



**Рис. 2.** Зависимости температуры (*t*) (*a*) и силы сопротивления ( $F_x$ ) (*б*) от времени ( $\tau$ ) для ФПО сплава ВТ6 с различным количеством проходов (соответственно *1*–*4*)

**Fig. 2.** Dependences of temperature (*t*) (*a*) and resistance force ( $F_x$ ) ( $\delta$ ) on time ( $\tau$ ) for Ti-6A1-4V alloy FSP with different number of passes (1-4, respectively)



**Рис. 3.** Макроструктура зоны перемешивания ВТ6 при 1-проходной (*a*), 2-проходной (*б*), 3-проходной (*в*) и 4-проходной (*е*) фрикционной перемешивающей обработке

Fig. 3. Macrostructure of Ti-6Al-4V stirring zone at 1-pass (a), 2-pass (b), 3-pass (c) and 4-pass (c) friction stir processing

деформации. В зоне термомеханического влияния (ЗТМВ) материал подвергается как тепловому циклу, так и деформации. В ряде работ [16—18] было установлено, что при ФПО сплава ВТ6 формируются достаточно узкие ЗТВ и ЗТМВ, при этом ЗТМВ зачастую вообще неразличима [19—21]. На всех этапах многопроходной ФПО сплава ВТ6 наблюдается бездефектная структура зоны перемешивания (рис. 3). В целом макроструктура обработанных дорожек в поперечном сечении напоминает форму асимметричной чаши. Очевидно, что это связано с использованием конусообразного инструмента и различным потоком материала на наступающей (HC) и отступающей (OC) сторонах. Область 3TB на отступающей стороне больше, чем на наступающей, что обусловлено неравномерным распределением тепла и пластического течения в различных областях поперечного сечения обрабатываемой зоны. Сплав BT6 имеет высокие прочность и твердость, но плохие теплопроводность и текучесть, поэтому всегда будет возникать большой температурный градиент между HC и OC [22, 23]. В работе [24] также было установлено неоднородное распределение температуры в зоне перемешивания, которое заключалось в относительно высокой температуре на верхней поверхности и на продвигающейся стороне.

Эволюция структурно-фазового состояния образцов в ЗП после многопроходной ФПО была исследована методом просвечивающей электронной микроскопии. После первого прохода ФПО наблюдались динамически рекристаллизованные равноосные  $\alpha$ -зерна (рис. 4, *a*, *б*). За счет повышения температуры в ЗП в процессе ФПО произошло увеличение объемной доли и рост β-зерен. Об этом свидетельствует темнопольное изображение на рис. 4, в, снятое в рефлексе (-110) с участка на рис. 4, а. В ЗП присутствуют области и более крупных β-зерен. В некоторых β-зернах отмечена β-трансформированная ламинарная α/β-структура (рис. 4, г). Также в структуре ЗП можно наблюдать игольчатую α'-фазу (рис. 4, д). Наличие β-областей с α-фазой игольчатого и ламинарного типов свидетельствует о том, что сначала произошло превращение  $\alpha + \beta \rightarrow \beta$ , а потом  $\beta \rightarrow \alpha' + \beta$ во время охлаждения в процессе ФПО. Согласно температурному профилю на рис. 2, а, температура поверхности дорожки ВТ6 находилась в диапазоне 1050—1250 °C, что достаточно для β-перехода при

нагреве трением и сильной пластической деформации.

После 2, 3 и 4 проходов ФПО образцов ВТ6 в ЗП аналогично формируются динамически рекристаллизованные равноосные α-зерна, β-зерна, β-области с α-фазой игольчатого и ламинарного типов (рис. 5). Значительных изменений в структуре ЗП многопроходных образцов по сравнению с однопроходным образцом не наблюдается. Такой эффект, по-видимому, связан с более низкими температурами и нагрузкой при 2-4 проходах ФПО (см. рис. 2). Согласно температурным профилям на рис. 2, а, температура при 2-4-проходной ФПО составила ~750÷950 °С. Такой температуры недостаточно для того, чтобы в зоне перемешивания оставшиеся α/β-зерна полностью претерпели превращение  $\alpha \leftrightarrow \beta$  и при охлаждении трансформировались в α'-фазу. Однако после 2-4 проходов ФПО, сопровождающейся высокой температурой и сильной пластической деформацией, в зоне перемешивания наблюдается изменение размеров зерен (рис. 6).

Согласно гистограмме распределения зерен по размерам, их средняя величина после первого прохода ФПО составляет  $d_{cp} = 0.55 \pm 0.25$  мкм





Рис. 5. Светлопольные изображения микроструктуры ЗТВ после 2-проходной (*a*), 3-проходной (*б*) и 4-проходной (*в*) фрикционной перемешивающей обработки





**Рис. 6.** Гистограммы распределения α-зерен по размерам в исходном ВТ6 (*a*), после 1-проходной (*b*), 2-проходной (*b*), 3-проходной (*c*) и 4-проходной (*d*) фрикционной перемешивающей обработки

**Fig. 6.** Size distribution histogram of  $\alpha$  grains in initial Ti-6Al-4V (*a*), after 1-pass ( $\delta$ ), 2-pass (*b*), 3-pass (*b*) and 4-pass ( $\partial$ ) friction stir processing

(рис. 6, б), что на 88 % ниже по сравнению с зернами  $\alpha$ -фазы в исходном ВТ6. После 2 и 3 проходов ФПО в зоне перемешивания наблюдается дальнейшее уменьшение размеров зерен —  $d_{\rm cp} = 0.45 \pm 0.14$  и  $0.43 \pm 0.18$  мкм соответственно (рис. 4, *в*, *г*). После 4-го прохода ФПО в ЗП происходит значительное увеличение размеров зерен (рис. 6, *д*) —  $d_{\rm cp} =$   $= 0.84 \pm 0.26$  мкм, что в 2 раза больше по сравнению со средним размером зерен после трех проходов ФПО.

На рис. 7 представлены данные рентгенофазового анализа. Сравнение интенсивностей дифракционных пиков  $\alpha(\alpha')$ -фазы и  $\beta$ -фазы исходного ВТ6 и его образцов после многопроходной ФПО демонстрирует значительное различие (рис. 7). Обработка рентгенограмм ВТ6 показала, что ФПО приводит к значительному уменьшению объемной доли  $\beta$ -фазы (рис. 7,  $\delta$ ). Это указывает на то, что большая часть  $\beta$ -фазы превращается в ( $\alpha + \alpha'$ ). Однако значения объемной доли  $\alpha(\alpha')$ -фазы при 1—4 проходах ФПО практически не изменяются и лежат в пределах погрешности (рис. 7,  $\delta$ ). Отношение параметров решетки *с/а* использовалось для определения присутствия  $\alpha'$  в образцах (рис. 7,  $\delta$ ) [15]. Среднее отношение *с/а*, измеренное для исходного ВТ6, составило 1,5978, что указывает на присутствие  $\alpha$ -фазы (рис. 7,  $\delta$ ). С увеличением количества проходов ФПО значения отношения *с/а* уменьшились от 1,5931 до 1,5919. Данные значения попадают в область существования  $\alpha'$ -фазы [15].

На рис. 8 представлены данные предела теку-



**Рис. 7.** Рентгенограммы образцов ВТ6 при различных проходах  $\Phi\Pi O(a)$ , объемная доля  $\alpha(\alpha')$ - и  $\beta$ -фаз ( $\delta$ ), а также отношение параметров решетки (a) в зависимости от количества проходов  $\Phi\Pi O$ 

**Fig. 7.** *X*-ray patterns of Ti-6Al-4V samples at different FSP passes (*a*), volume ratio of  $\alpha(\alpha')$  and  $\beta$  phases (*b*), as well as lattice parameter ratio (*b*) depending on the number of FSP passes



Рис. 8. Механические свойства образцов ВТ6 при различных количествах проходов ФПО

**Fig. 8.** Mechanical properties of Ti–6Al–4V samples at different numbers of FSP passes

чести ( $\sigma_{0,2}$ ), предела прочности ( $\sigma_{B}$ ) и относительного удлинения (є) образцов ВТ6 в зависимости от количества проходов фрикционной перемешивающей обработки. Предел прочности и относительное удлинение исходного ВТ6 составляют 1006 МПа и 14,9 % соответственно. После 1, 2 и 3 проходов ФПО происходит увеличение предела прочности на 17 % по сравнению с исходным ВТ6 (см. рис. 8). Повышение предела прочности при использовании многопроходной ФПО связано с измельчением зерен. Согласно соотношению Холла-Петча, уменьшение размера зерна образца приводит к увеличению механической прочности. Как показано на рис. 6, с ростом числа проходов (от 1 до 3) средний размер зерен в зоне перемешивания уменьшился с 0,55 до 0,43 мкм. Следовательно, более высокие значения предела прочности и предела текучести трехпроходного образца связаны с меньшим размером его зерен в зоне перемешивания, что сопоставимо с результатами других исследований [11, 13]. После 4 проходов ФПО предел прочности понижается до 686,6 МПа. После ФПО для всех образцов характерно снижение относительного удлинения.

На рис. 9 приведены средние значения микротвердости исходного ВТ6 и зоны перемешивания образцов после 1—4 проходов ФПО. Наименьшие значения микротвердости характерны для исходного ВТ6 и зоны перемешивания образца ВТ6-1 после 1 прохода ФПО. После 2, 3 и 4 проходов инструментом вдоль линии обработки происходит рост значений микротвердости относительно предыдущего состояния. Наибольшая микротвердость в зоне перемешивания достигается после 4 проходов инструментом.

На рис. 10 представлены растровые электронные изображения изломов образцов ВТ6 после ФПО в режиме вторичных электронов. Разрушение образцов после 1 прохода фрикционной перемешивающей обработки происходит типично для сплава BT6 с образованием вязкого ямочного излома (рис. 10, a,  $\delta$ ). На поверхности изломов могут присутствовать и неоднородности достаточно больших размеров (1 на рис. 10,  $\delta$ ), хотя на макроуровне строение изломов остается однородным (рис. 10, а). После двух проходов инструментом вдоль линии обработки в материале, помимо снижения среднего размера зерна и увеличения предела прочности, происходит образование дефектов по контуру потоков металла в зоне перемешивания, проявляющихся на поверхности изломов после разрушения (2 на рис. 10, в). При этом в целом структура изломов также в основном представлена вязким ямочным строением (рис. 10, г). После трех проходов инструментом вдоль линии обработки формирование дефектов в структуре изломов зоны перемешивания также существенно (3 на рис. 10,  $\partial$ , e), но не приводит еще к снижению прочностных свойств материала. После 4-го прохода в материале, помимо увеличения среднего размера зерна, происходит образование достаточно крупных дефектов, четко проявляющихся на поверхности изломов после разрушения (4 на рис. 10, ж, з). Появление крупных дефектов в структуре не выявляется ни оптической, ни просвечивающей микроскопи-



**Рис. 9.** Средние значения микротвердости образцов ВТ6 в зависимости от количества проходов ФПО

Fig. 9. Average microhardness values of Ti-6A1-4V samples depending on the number of FSP passes



**Рис. 10.** Строение изломов образцов ВТ6 после 1-проходной (*a*, *б*), 2-проходной (*b*, *c*), 3-проходной (*d*, *e*) и 4-проходной (*b*, *c*) и 4-проходной (*b*, *c*) в доль линии обработки

**Fig. 10.** Fracture structure of Ti-6Al-4V samples after 1-pass  $(a, \delta)$ , 2-pass (a, c), 3-pass  $(\partial, e)$  and 4-pass  $(\mathcal{H}, 3)$  FSP along the processing line



Рис. 11. Зависимость потери масс от количества проходов ФПО (*a*) и коэффициента трения (*б*) от времени скольжения для разных образцов ВТ6

Fig. 11. Dependence of mass losses on the number of FSP passes (*a*) and friction coefficient ( $\boldsymbol{\delta}$ ) on sliding time for different Ti-6Al-4V samples

ей, что может быть связано с толщиной дефектов, располагающихся между слоями, сформированными движением инструмента и потоками металла при обработке. Ослабление связи между слоями может вызывать снижение прочностных свойств образцов, обработанных многопроходной ФПО, по сравнению с исходным BT6.

На рис. 11, *а* показано изменение потери массы образцов при испытаниях на износостойкость. С увеличением количества проходов ФПО происходит уменьшение потери массы образцов при износе. Наибольшей износостойкостью обладают образцы, полученные после 3 и 4 проходов ФПО (рис. 11, *a*). Зависимости коэффициента трения образца от времени для участка в середине испытания приведены на рис. 11, б. Сравнение профилей коэффициента трения показывает, что образцы, подвергнутые ФПО, имеют несколько меньшие значения коэффициента трения, чем необработанный сплав ВТ6. При этом значения коэффициента трения для всех образцов остаются достаточно близки. Самые низкие значения потери массы (~6 мг) были достигнуты для образцов после 3-го и 4-го проходов ФПО, что соответствует уменьшению массы на 33 и 39 % соответственно по сравнению с исходным ВТ6. Известно, что, когда поверхность титана контактирует с большинством поверхностей конструкционных материалов, возникает адгезионный износ [25]. Сильная склонность титановых сплавов к адгезии четко отражается в высоком и нестабильном коэффициенте трения, когда титан скользит по себе или другим конструкционным материалам.

Любые воздействия на титановые сплавы, которые снижают пластическую деформацию и пластичность, могут более или менее уменьшить их склонность к адгезионному износу [25, 26]. В работе [26] авторы сравнили износ двух метастабильных титановых β-сплавов (Ti-35Nb-8Zr-5Ta и Ti-15,5Mo-2,3Nb) с ( $\alpha + \beta$ )-сплавом Ti-6Al-4V (аналог ВТб) в условиях возвратно-поступательного скольжения против диска из закаленной стали. Все три титановых сплава имели очень схожую твердость (28-30 HRC), но метастабильные β-титановые сплавы имели гораздо больший износ по сравнению с (α + β)-сплавом. Результаты их трибологических испытаний показывают, что, хотя прочность метастабильных титановых β-сплавов намного выше, чем у ( $\alpha + \beta$ )-сплава Ti-6Al-4V, первые показали гораздо большую степень деформации поверхности и переноса материала.

Как показано на рис. 11,  $\delta$ , значения коэффициента трения сильно колеблются в течение всего периода испытаний, что свидетельствует об адгезионном поведении ВТ6, подвергнутого многопроходной фрикционной перемешивающей обработке. Несмотря на уменьшение прочности ВТ6 после 4 проходов ФПО, износостойкость улучшается на 39 % по сравнению с исходным материалом — по всей видимости, за счет пониженной пластичности (см. рис. 8) и повышенной микротвердости (см. рис. 9), что, в свою очередь, обусловлено понижением удельного количества пластичной β-фазы за счет увеличения объемной доли ( $\alpha$ ) $\alpha$ '-фазы и, вероятно, из-за максимального накопления дефектов несмотря на частичную (выборочную) рекристаллизацию зерен.

#### Заключение

В работе показано влияние многопроходной ФПО на эволюцию микроструктуры, механические свойства и износостойкость титанового сплава ВТ6. Многопроходная ФПО привела у ВТ6 к образованию микроструктурно неоднородной зоны перемешивания, которая состояла из динамически рекристаллизованных равноосных α-зерен и β-областей. Некоторые β-области испытали разложение  $\beta \rightarrow \alpha + \beta$ , в результате чего сформировалась α-фаза игольчатого и ламинарного типов. С увеличением количества проходов ФПО от 1 до 3 происходило уменьшение значения среднего размера зерна (до 0,43 мкм) и повышение предела прочности (до 1173 МПа). Установлено, что после 4 проходов ФПО предел прочности снизился до 686 МПа, что связано с образованием крупных дефектов по контуру потоков металла и увеличением среднего размера зерна. При этом износостойкость ВТ6 после 4 проходов ФПО возросла на 39 % по сравнению с исходным материалом.

Работа выполнена в рамках государственного задания ИФПМ СО РАН, тема номер FWRW-2021-0012.

Acknowledgments. The work was performed according to the Government research assignment for ISPMS SB RAS, project FWRW-2021-0012.

# Литература/References

- 1. Chan K.S., Koike M., Okabe T. Modeling wear of cast Ti alloys. Acta Biomater. 2007. Vol. 3. Iss. 3. P. 383–389.
- Lee W.-B., Lee C.-Y., Chang W.-S., Yeon Y.-M., Jung S.-B. Microstructural investigation of friction stir welded pure titanium. *Mater. Lett.* 2005. Vol. 59. P. 3315–3318.
- Han Y, Chen S., Jiang X., Tao Y.B., Wang Y.X. Effect of microstructure, texture and deformation behavior on tensile properties of electrically assisted friction stir welded Ti-6Al-4V joints. *Mater. Charact.* 2021. Vol. 176. Art. 111141.
- Meisnar M., Bennett J.M., Andrews D., Dodds S., Freeman R., Bellarosa R., Adams D., Norman A.F., Rohr T., Ghidini T. Microstructure characterisation of a friction stir welded hemi-cylinderstructure using Ti-6A1-4V castings. Mater. Charact. 2019. Vol. 147. P. 286-294.
- 5. Fall A., Monajati H., Khodabandeh A., Fesharaki M.H., Champliaud H., Jahazi M. Local mechanical properties,

microstructure, and microtexture in friction stir welded Ti-6A1-4V alloy. *Mater. Sci. Eng. A.* 2019. Vol. 749. P. 166-175.

- Zhang C., Ding Z., Xie L., Zhang L.-C., Wu L., Fu Y., Wang L., Lu W. Electrochemical and in vitro behavior of the nanosized composites of Ti-6Al-4V and TiO<sub>2</sub> fabricated by friction stir process. *Appl. Surf. Sci.* 2017. Vol. 423. P. 331–339.
- Zykova A.P., Tarasov S.Yu., Chumaevskiy A.V., Kolubaev E.A. A review of friction stir processing of structural metallic materials: process, properties, and methods. *Metals*. 2020. Vol. 10. Iss. 772. P. 1–40.
- Wang T., Gwalani B., Shukla S., Frank M., Mishra R.S. Development of in situ composites via reactive friction stir processing of Ti-B<sub>4</sub>C system. *Compos. Part B: Eng.* 2019. Vol. 172. P. 54–60.
- Jiang L., Huang W., Liu C., Chai L., Yang X., Xu Q. Microstructure, texture evolution and mechanical properties of pure Ti by friction stir processing with slow rotation speed. *Mater. Charact.* 2019. Vol. 148. P. 1–8.
- Mironov S., Sato Y.S., Kokawa H. Development of grain structure during friction stir welding of pure titanium. Acta Mater. 2009. Vol. 57. P. 4519–4528.
- 11. *Liu F.C., Liao J., Gao Y., Nakata K.* Influence of texture on strain localization in stir zone of friction stir welded titanium. *J. Alloys Compd.* 2015. Vol. 626. P. 304–308.
- Zhang W., Ding H., Cai M., Yang W., Li J. Ultra-grain refinement and enhanced low-temperature superplasticity in a friction stir-processed Ti-6Al-4V alloy. *Mater. Sci. Eng. A.* 2018. Vol. 727. P. 90–96.
- Vakili-Azghandi M., Roknian M., Szpunar J.A., Mousavizade S.M. Surface modification of pure titanium via friction stir processing: Microstructure evolution and dry sliding wear performance. J. Alloys Compd. 2020. Vol. 816. Art. 152557.
- Elmer J.W., Palmer T.A., Babu S.S., Specht E.D. In situ observations of lattice expansion and transformation rates of b and phases in Ti-6A1-4V. Mater. Sci. Eng. A. 2005. Vol. 391. P 104-113.
- 15. *Boyer R., Welsch G., Collings E.W.* Titanium alloys, materials properties: Handbook. ASM: International, Materials Park, 1994.
- Liu H.J., Zhou L. Microstructural zones and tensile characteristics of friction stir welded joint of TC<sub>4</sub> titanium alloy. *Trans. Nonferr. Met. Soc. China.* 2010. Vol. 20. P. 1873–1878.
- Lippold J.C., Livingston J.J. Microstructure evolution during friction stir processing and hot torsion simulation of Ti-6A1-4V. Metall. Mater. Trans. A. 2013. Vol. 44. P. 3815-3825.
- 18. Edwards P., Ramulu M. Fracture toughness and fatigue

crack growth in Ti-6Al-4V friction stir welds. *J. Mater. Eng. Perform.* 2015. Vol. 24. P. 3263-3270.

- *Zhou L., Liu H.J., Liu Q.W.* Effect of rotation speed on microstructure and mechanical properties of Ti-6Al-4V friction stir welded joints. *Mater. Des.* 2010. Vol. 31. Iss. 5. P. 2631–2636.
- Ji S., Li Z., Wang Y., Ma L. Joint formation and mechanical properties of back heating assisted friction stir welded Ti-6A1-4V alloy. Mater. Des. 2017. Vol. 113. P. 37-46.
- Fall A., Fesharaki M.H., Khodabandeh A.R., Jahazi M. Tool wear characteristics and effect on microstructure in Ti– 6Al–4V friction stir welded joints. *Metals.* 2016. Vol. 6. Iss. 275. P 1–12.
- 22. Ji S., Li Z., Zhang L., Wanga Y. Eliminating the tearing defect in Ti-6Al-4V alloy joint by back heating assisted

friction stir welding. Mater. Lett. 2017. Vol. 188. P. 21-24.

- Lauro A. Friction stir welding of titanium alloys. Weld. Int. 2012. Vol. 26. Iss. 1. P. 8–21.
- Buffa G., Fratini L., Schneider M., Merklein M. Micro and macro mechanical characterization of friction stir welded Ti-6Al-4V lap joints through experiments and numerical simulation. J. Mater. Process. Technol. 2013. Vol. 213. P. 2312-2322.
- Dong H. Tribological properties of titanium-based alloys. In: Surface engineering of light alloys. Amsterdam, Netherlands: Elsevier: Woodhead Publ. Ltd. (Ser. in metals and surface engineering), 2010. P. 58–80.
- Long M., Rack H.J. Friction and surface behaviour of selected titanium alloys during reciprocating-sliding motion. Wear. 2001. Vol. 249. P. 157–167.