



The role of stop-off material in three-layer corrugated structures made of titanium alloys

A. A. Kruglov[†], R. Ya. Lutfullin, M. Kh. Mukhametrahimov, O. A. Rudenko,

A. A. Sarkeeva, R. V. Safiullin

[†]alexform1960@mail.ru

Institute for Metals Superplasticity Problems, RAS, Ufa, 450001, Russia

In the manufacture of three-layer corrugated structures made of titanium alloys by diffusion bonding followed by superplastic forming, stop-off materials are used. The use of stop-off material makes it possible to selectively connect sheet blanks with each other and, as a result, get a hollow structure with an internal set of stiffeners in the form of a corrugation. The effect of stop-off materials based on boron nitride and yttrium oxide on the structure and mechanical properties of the titanium alloy Ti-6Al-4V is studied. Special attention is paid to the influence of stop-off materials on the quality of solid-phase joints in a corrugated structure. It is shown that the stop-off material based on yttrium oxide leads to the least degradation of the mechanical properties of the titanium alloy. It is established that the quality of the design depends not only on the composition of the stop-off materials, but also on the procedure of its processing before diffusion bonding of blanks. The composition of stop-off materials as binders includes organic components that contain light elements: nitrogen, carbon, oxygen and hydrogen. The latter are known to be harmful impurities for titanium and its alloys, and their chemical interaction with titanium is sharply intensified at high temperatures. The traditional temperatures of diffusion bonding and superplastic forming of the Ti-6Al-4V alloy are in the range of 900–950°C. Therefore, it is necessary to control and prevent the process of adsorption of hydrogen, nitrogen, oxygen and carbon atoms on the connected surfaces of titanium blanks, since this can have a noticeable effect on the quality of diffusion joints, will lead to defects, and the fatigue strength of the entire structure already depends on this.

Keywords: corrugated structure, diffusion bonding, stop-off material, titanium alloy.

УДК: 621.791; 539.374

Роль противосварочного покрытия в трехслойных гофрированных конструкциях из титановых сплавов

Круглов А. А.[†], Лутфуллин Р. Я., Мухаметрахимов М. Х., Руденко О. А.,

Саркеева А. А., Сафиуллин Р. В.

Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, Уфа, 450001, Россия

При изготовлении трехслойных гофрированных конструкций из титановых сплавов диффузионной сваркой с последующей сверхпластической формовкой применяют противосварочные покрытия. Использование противосварочных покрытий дает возможность селективно соединять листовые заготовки друг с другом и в итоге получать полую конструкцию с внутренним набором ребер жесткости в виде гофры. В работе исследовано влияние противосварочных покрытий на основе нитрида бора и оксида иттрия на структуру и механические свойства титанового сплава ВТ6 (Ti-6Al-4V). Особое внимание уделено влиянию покрытий на качество твердофазных соединений в гофрированной конструкции. Показано, что покрытие на основе оксида иттрия приводит к наименьшей деградации механических свойств титанового сплава. Установлено, что качество конструкции зависит не только от состава покрытия, но и от процедуры его обработки перед диффузионной сваркой заготовок. В состав противосварочных покрытий в качестве связующих входят органические компоненты, которые содержат легкие элементы: азот, углерод, кислород и водород. Последние, как известно, являются вредными примесями для титана и его сплавов, а их химическое взаимодействие с титаном резко интенсифицируется при высоких температурах.

Традиционные температуры диффузационной сварки и сверхпластической формовки сплава ВТ6 находятся в интервале 900–950°C. Следовательно, необходимо контролировать и предотвращать процесс адсорбции атомов водорода, азота, кислорода и углерода на соединяемых поверхностях титановых заготовок, поскольку это может оказывать заметное влияние на качество сварных соединений, приведет к появлению дефектов, а от этого уже зависит усталостная прочность всей конструкции.

Ключевые слова: гофрированная конструкция, диффузационная сварка, противосварочное покрытие, титановый сплав.

1. Введение

Изделия аэрокосмической техники должны сочетать высокую удельную прочность и надежность. Таким требованиям отвечают полые трехслойные конструкции с гофрированным наполнителем, изготавливаемые методами диффузационной сварки (ДС) и сверхпластической формовки (СПФ) [1–6]. Именно такую конструкцию имеют полая широкоходная лопатка вентилятора авиационного двигателя [7–11], корпус летательного аппарата [12,13], лицевая пластина клюшки для игры в гольф [14].

Исходной заготовкой гофрированной конструкции является листовой пакет. Пакет состоит из двух наружных листов, служащих обшивками, между которыми расположен лист наполнителя. Лист наполнителя селективно соединен с листами обшивок с помощью ДС. Формообразование осуществляется за счет подачи инертного газа (аргона) под давлением между листами пакета. В процессе СПФ наружные листы принимают форму матриц штампа, а лист наполнителя, растягиваясь между ними, образует ребра жесткости.

Регламентированное соединение заготовок обшивки с заготовкой наполнителя обеспечивают с помощью противосварочного покрытия (ПСП), которое наносится на участки неподлежащие соединению [7,10]. Из литературы известно, что в основном используют составы покрытий на основе оксида иттрия (Y_2O_3) и нитрида бора (BN) [7,15]. Выбор ПСП и процедура обработки материала с покрытием до ДС является важной задачей, поскольку от этого зависят не только механические свойства основного материала, но и образование дефектов сварных соединений в конструкциях. В работах [16,17] изучено влияние характерных дефектов соединения на механическое поведение при ударном нагружении материала таких конструкций.

Цель работы — выявить роль и влияние противосварочных покрытий на основе оксида иттрия и нитрида бора на качество трехслойной гофрированной титановой конструкции.

2. Материал и методика эксперимента

Исследования проводились на листах промышленного проката толщиной 1 мм титанового сплава ВТ6. В качестве ПСП использовали покрытия («Acheson», Франция): ENDU BN 4479 на основе BN и покрытие MC 4156 на основе Y_2O_3 . ПСП наносили на плоские образцы для механических испытаний на растяжение, которые предварительно подвергали механической шлифовке и полировке. Толщина покрытия составляла ≈0.05 мм. Затем образцы отжигали в вакуумной

электрической печи ОКБ-8086 (вакуум 1.33×10^{-2} Па) при температуре 900°C в течение 2 часов.

Механические испытания на растяжение проводили согласно ГОСТ 11701-84 на плоских образцах с размерами рабочей части $5 \times 1 \times 25$ мм при комнатной температуре и скорости деформирования 1 мм/мин на универсальном динамометре «INSTRON-1185».

Микротвердость образцов определяли на приборе Duramin при нагрузке 2 Н и времени выдержки 10 с. Погрешность определения микротвердости не превышала ± 50 МПа. Микротвердость измеряли в переходной от головки к рабочей части зоне. Микроструктурные исследования проводили на растровых электронных микроскопах «TESCAN VEGA3 SBH» и «JEOL JXA-6400» на шлифах, подготовленных по стандартной методике, включающей механическую шлифовку на наждачной бумаге и полировку на алмазных пастах с постепенным уменьшением их зернистости.

Изучаемые в данной работе гофрированные конструкции (Рис. 1) отличались процедурой подготовки заготовок перед ДС. В первом случае после нанесения ПСП пакет заготовок герметизировали с помощью сварки по его периметру, оставляя только открытым штуцер в наружной заготовке и проводили выдержку в вакуумной печи при температуре ≈400°C в течении 1500 с, во втором случае — сборку заготовок с ПСП предварительно выдерживали в вакуумной печи при температуре ≈400°C в течении 1500 с, а затем уже герметизировали.



Рис. 1. Фрагмент гофрированной конструкции.

Fig. 1. A fragment of the corrugated structure.

3. Результаты и обсуждение

По результатам механических испытаний установлено (Табл. 1), что исследуемые ПСП практически не оказывают влияние на пластичность титанового сплава ВТ6, однако снижают предел прочности основного материала: с нитридом бора на ≈9%, а с оксидом иттрия на ≈12%.

Наибольшее влияние ПСП в зависимости от состава способно оказать на микротвердость. Так в образцах с покрытием на основе BN, ее значение превышает значение микротвердости основного материала на ≈34%, в то время как покрытие на основе Y_2O_3 увеличивает микротвердость только на ≈9%.

Покрытие на основе BN на поверхности материала образует плотный слой (Рис. 2а), в отличии от покрытия на основе Y_2O_3 , который распределяется на поверхности

основного материала неравномерно, в виде отдельных частичек («хлопьев») разной формы белого цвета (Рис. 2b). Отличительной особенностью поверхности разрушенных образцов с покрытием на основе BN является наличие трещин (Рис. 2a), которые образуются в процессе растяжения, такие трещины могут появиться и на ребрах жесткости конструкции.

В результате микроструктурного анализа сварных соединений в трехслойных конструкциях были выявлены дефекты в виде микропор. Это указывает на то, что важен не только правильный выбор ПСП, но и процесс обработки заготовок с покрытием перед ДС. В состав ПСП в качестве связующих входят органические компоненты, которые содержат легкие элементы: азот, углерод, кислород и водород. Последние, как известно, являются вредными примесями для титана и его сплавов, а их химическое взаимодействие с титаном резко интенсифицируется при высоких температурах [4,18,19]. Традиционно процессы ДС и СПФ сплава BT6 осуществляют при температурах 900–950°C [2,7]. К чему может привести адсорбция примесей, наглядно показывает цепочка микропор в сварном соединении конструкции (Рис. 3a). Микропоры образовались на участке соединения, который граничит с покрытием. Такие дефекты при циклических нагрузках могут привести к ускоренному зарождению и росту усталостных трещин.

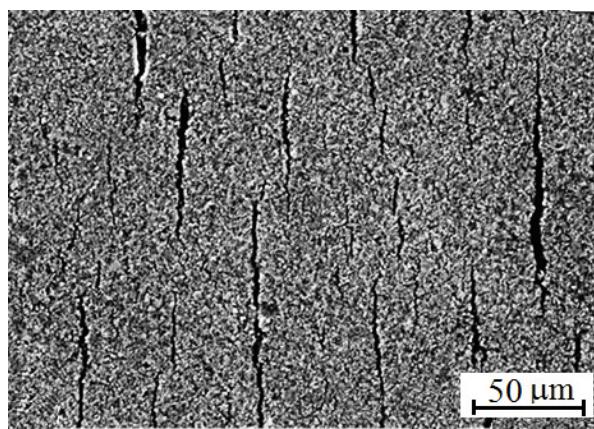
Для снижения и возможного предотвращения концентрации вредных примесей на свариваемых поверх-

ностях используют разные технологические способы. В способе [7] в технологический маршрут включают операцию удаления летучих компонентов путем термообработки заготовок с ПСП при 250–350°C в вакуумной камере. В [20] ПСП наносят в технологические пазы, выполняемые на внутренних поверхностях заготовок обшивок. В работе [21] ДС сварку обшивок с наполнителем осуществляют через прокладки из титанового сплава, с меньшим, чем в заготовках, напряжением течения. Использование как пазов, так и прокладок позволяет сразу создать контакт по свариваемым поверхностям и практически исключить проникновение летучих элементов. В работах [4,22,23] показано, что за счет эффекта низкотемпературной сверхпластичности возможно проводить операции ДС и СПФ при температуре ≈750°C, и тем самым резко понизить активность взаимодействия летучих элементов с титаном. Между тем, во всех приведенных способах следует применять операцию термообработки заготовок с покрытием. Важным моментом в этой, казалось бы, простой операции, являются условия, в которых производится процесс термообработки. Условия могут быть следующие: первое, собранные в пакет заготовки нагревают в электрической печи с воздушной атмосферой; второе, собранные в пакет заготовки герметизируют по контуру, снабжают штуцером, который соединяют с вакуумным насосом, затем сборку нагревают в электрической печи; третье, пакет заготовок до герметизации сваркой нагревают в вакуумной камере, а уже затем гермети-

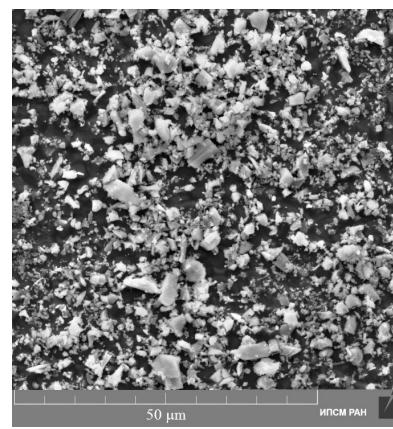
Табл. 1. Механические свойства исследуемых образцов.

Table 1. Mechanical properties of the studied samples.

Тип образца Sample type	σ_b , MPa σ_u , MPa	δ , %	Микротвердость, MPa Microhardness, MPa
Сплав BT6 (без покрытия) Ti-6Al-4V alloy (uncoated)	928	14.3	3654
Сплав BT6 с покрытием на основе BN Ti-6Al-4V alloy with BN-based coating	842	13.5	4896
Сплав BT6 с покрытием на основе Y_2O_3 Ti-6Al-4V alloy with Y_2O_3 -based coating	818	14	4000



a



b

Рис. 2. Поверхность титанового сплава с покрытием на основе BN (a) и Y_2O_3 (b) после испытаний на растяжение. Участок с центральной части разрушенного образца.

Fig. 2. The surface of a titanium alloy with a coating based on BN (a) and Y_2O_3 (b) after tensile tests. The area from the central part of the destroyed sample.

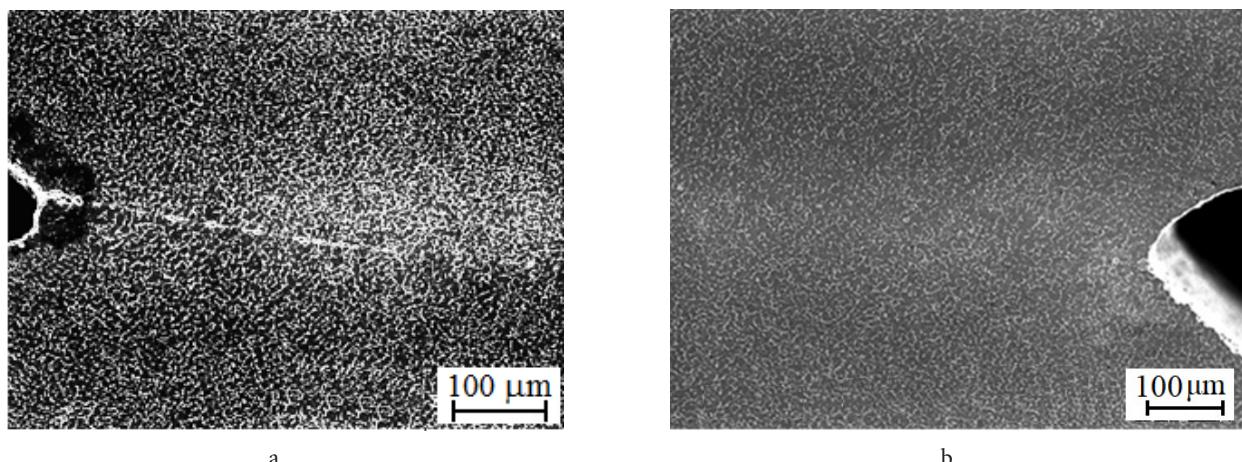


Рис. 3. Микроструктура твердофазных соединений, граничащих с противосварочным покрытием: с дефектами (а); без дефектов (б).
Fig. 3. Microstructure of solid-phase joints bordering on the stop-off material: with defects (a); without defects (b).

зируют. Отличие приведенных условий состоит в том, что в первом случае отсутствует принудительное удаление газов, во втором — относительно малая пропускная способность штуцера по сравнению с площадью всей конструкции не обеспечивает удаление газов в необходимом объеме. Только в третьем случае нагрев в вакуумной камере позволяет удалить летучие элементы в максимально возможном объеме, тем самым свести к минимуму их адсорбцию на свариваемых поверхностях титановых заготовок.

Из Рис. 3в видно отсутствие дефектов в сварном соединении гофрированной конструкции. Данный результат был достигнут благодаря тому, что после нанесения ПСП, заготовки собирали в пакет, помещали в вакуумную камеру, выдерживали при температуре $\approx 400^{\circ}\text{C}$, контролируя процесс удаления летучих компонентов по падению и восстановлению глубины вакуума.

4. Заключение

Полученные экспериментальные данные показали, что противосварочные покрытия, применяемые на практике, играют особую роль при изготовлении трехслойных гофрированных конструкций из титановых сплавов.

1. Покрытия изменяют механические свойства основного материала. Если покрытие на основе оксида иттрия повышает микротвердость только на 9%, то покрытие на основе нитрида бора на 34%. Такое отрицательное влияние возможно снизить за счет выбора соответствующего противосварочного покрытия.

2. Любое противосварочное покрытие, содержащее органическое связующее, может являться одной из причин образования опасных дефектов сварных соединений, в случае отсутствия выдержки в вакуумной печи, предшествующей этапу герметизации пакета заготовок.

Благодарность /Acknowledgements. Работа выполнена в рамках государственного задания ИПСМ РАН № АААА-А17-117041310221-5. Экспериментальные исследования проведены на базе Центра коллективного пользования ИПСМ РАН. / The present work was accomplished

according to the state assignment of the IMSP RAN № АААА-А17-117041310221-5. The work was performed using the facilities of the shared services center at the IMSP RAN.

Литература/References

1. Patent US No 3927817, 23.12.1975.
2. Superplastic Forming of Structural Alloys: Proceedings of a symposium (ed. by N.E. Paton, C.H. Hamilton). Warrendale, PA, TMS-AIME (1982) 414 p.
3. J.D. Beal, R. Boyer, D. Sanders. In: ASM Handbook, Volume 14B, Metalworking: Sheet Forming (ed. by S.L. Semiatin). OH, USA, Materials Park, ASM International (2006) pp. 656–669.
4. L.D. Hefti. Mater. Sci. Forum. 551–552, 87 (2007). [Crossref](#)
5. Z.Q. Li, H.P. Guo. Aeronautical Manufacturing Technology. 8, 34 (2010).
6. Patent RF No 2548834, 20.04.2015. (in Russian) [Патент РФ № 2548834. 20.04.2015.]
7. Patent EP No 0568201, 01.04.1993.
8. M.W. Turner, I.J. Andrews. 4th European Conference on Superplastic Forming Euro SPF'05. In: Book of Papers. London, United Kingdom, IOM Communications Ltd. (2005) pp. 39–46.
9. B. Zhao, Z. Li, H. Hou, J. Liao, B. Bai. Rare Metal Materials and Engineering. 39 (6), 0963 (2010). [Crossref](#)
10. R.V. Safiullin, A.A. Kruglov, O.A. Rudenko, S.A. Kharin, A.N. Sayranov, M.A. Morozov, V.B. Timohov, V.A. Kropotov. Titan. 4, 34 (2009). (in Russian) [Р.В. Сафиуллин, А.А. Круглов, О.А. Руденко, С.А. Харин, А.Н. Сайранов, М.А. Морозов, В.Б. Тимохов, В.А. Кропотов. Титан. 4, 34 (2009).]
11. R.R. Mulyukov, A.A. Nazarov, R.M. Imayev. Letters on Materials. 8 (4s), 510 (2018). [Crossref](#)
12. Z.Q. Li, B. Zhao, W. Chen. MATEC Web of Conferences. 21, 01005 (2015). [Crossref](#)
13. J. Shao, Z.Q. Li, H. Xu, X. Han, R. Zhang. Mater. Sci. Forum. 838–839, 585 (2016). [Crossref](#)
14. A.R. Safiullin, R.V. Safiullin, A.A. Kruglov. Rev. Adv. Mater. Sci. 25, 281 (2010).

15. R.G. Khazgaliev, A.M. Dilmukhametova, V.V. Astanin, R.V. Safiullin. Russian Physics Journal. 58 (6), 90 (2015). (in Russian) [Р.Г. Хазгалиев, А.М. Дильмухаметова, В.В. Астанин, Р.В. Сафиуллин. Изв. вузов. Физика. 58 (6), 90 (2015).]
16. A.A. Sarkeeva, A.A. Kruglov, R.Ya. Lutfullin, S.V. Gladkovskiy, A.P. Zhilyaev, R.R. Mulyukov. Composites Part B. 187, 107838 (2020). [Crossref](#)
17. A.A. Sarkeeva. Letters on Materials. 10 (3), 345 (2020). (in Russian) [А.А. Саркеева. Письма о материалах. 10 (3), 345 (2020).] [Crossref](#)
18. U. Zwicker. Titanium and it's alloys. Moscow, Metallurgiya (1979) 512 p. (in Russian) [У. Цвиккер. Титан и его сплавы. Москва, Металлургия (1979). 512 с.]
19. F. Pitt, M. Ramulu. JMEPEG. 13 (6), 727 (2004). [Crossref](#)
20. Patent RF No 2412017, 20.02.2011. (in Russian) [Патент РФ № 2412017, 20.02.2011.]
21. Patent RF No 2291019. 10.01.2007. (in Russian) [Патент РФ № 2291019. 10.01.2007.]
22. R.Ya.Lutfullin, A.A.Kruglov, M.Kh.Mukhametrahimov, O.A.Rudenko. Letters on Materials. 5 (2), 185 (2015). (in Russian) [Р.Я. Лутфуллин, А.А. Круглов, М.Х. Мухаметрахимов, О.А. Руденко. Письма о материалах 5 (2), 185 (2015).] [Crossref](#)
23. A.A. Kruglov, R.Ya. Lutfullin, R.R. Mulyukov, M.Kh. Mukhametrahimov, O.A. Rudenko, R.V. Safiullin. Mater. Sci. Forum. 838 – 839, 610 (2016). [Crossref](#)