

Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
«Новосибирский государственный технический университет»

На правах рукописи



Иванов Иван Владимирович

**ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДОВ ДИФРАКЦИИ
СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ И
МАТЕМАТИЧЕСКОГО МОДЕЛИРОВАНИЯ ДЛЯ
АНАЛИЗА СТРУКТУРЫ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ,
ФОРМИРУЕМОЙ ПРИ ДЕФОРМАЦИОННОМ,
ТЕРМИЧЕСКОМ И ФРИКЦИОННОМ ВОЗДЕЙСТВИИ**

05.16.09 — материаловедение (в машиностроении)

Диссертация на соискание учёной степени
кандидата технических наук

Научный руководитель:
доктор технических наук, доцент
Батаев Иван Анатольевич

Новосибирск — 2020

ОГЛАВЛЕНИЕ

	Стр.
ВВЕДЕНИЕ	7
Глава 1 ВЛИЯНИЕ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ И НАГРЕВА НА СТРУКТУРУ ТИТАНА И ДРУГИХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ. МЕТОДЫ ИЗУЧЕНИЯ СТРУКТУРНЫХ ПРЕОБРАЗОВАНИЙ МАТЕРИАЛОВ	20
1.1 Структурные преобразования поликристаллических материалов в процессах пластической деформации и нагрева	20
1.2 Пластическая деформация металлических материалов	23
1.3 Высокоскоростная пластическая деформация	26
1.4 Структурные преобразования, развивающиеся при нагреве пластически деформированных металлов	28
1.5 Особенности процессов, происходящих в структуре металлических материалов в условиях трения скольжения	29
1.6 Влияние структурных параметров на прочностные свойства материалов	31
1.7 Фазы в сплавах на основе титана	33
1.7.1 Характеристика титановых сплавов и образующихся в них фаз	34
1.7.2 Изменение структуры α -титана в процессе холодной пластической деформации	40
1.7.3 Изменение структуры α - и β -титана при нагреве сплавов .	42
1.7.4 Влияние пластической деформации и нагрева на комплекс механических свойств титановых сплавов	44
1.8 Методы исследования структурных преобразований, обусловленных пластической деформацией и нагревом материалов	45
1.8.1 Методы дифракционного профильного анализа рентгенограмм	47
1.8.2 Недостатки модифицированных методов профильного анализа рентгенограмм	53

	Стр.
Выводы по главе 1	54
Глава 2 ПРОЦЕССЫ ОБРАБОТКИ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ	56
2.1 Материалы исследования	56
2.1.1 Холодная прокатка заготовок со структурой α -титана . .	56
2.1.2 Кручение под высоким давлением заготовки со структурой α' -титана	57
2.1.3 Высокоскоростная пластическая деформация α -титана . .	58
2.1.4 Индукционный нагрев α - и β -титановых сплавов	59
2.1.5 Испытание $\alpha+\beta$ -титанового сплава по схеме сухого трения скольжения	60
2.1.6 Термическая обработка материалов	63
2.2 Методы исследования материалов	63
2.2.1 Дифракция синхротронного излучения	63
2.2.2 Световая микроскопия	65
2.2.3 Сканирующая электронная микроскопия и микрорентгеноспектральный анализ	66
2.2.4 Исследование механических свойств	66
2.3 Математическое моделирование и обработка экспериментальных данных	67
2.3.1 Математическое моделирование процесса высокоскоростного соударения с использованием метода конечных элементов	67
2.3.2 Моделирование процессов пластической деформации и нагрева титановых сплавов методом молекулярной динамики	69
2.3.3 Обработка данных, полученных методом дифракции синхротронного излучения	69
2.3.4 Математическая обработка экспериментальных данных . .	71

Глава 3	ПРЕОБРАЗОВАНИЕ ДИСЛОКАЦИОННОЙ СТРУКТУРЫ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ В ПРОЦЕССАХ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ И ЕЕ СВЯЗЬ С МЕХАНИЧЕСКИМИ СВОЙСТВАМИ	72
3.1	Исследование эволюции структуры α -титана при холодной прокатке с использованием профильного анализа дифрактограмм. Сравнение результатов классических и модифицированных методов профильного анализа	72
3.2	Структурные изменения α' -титана, в процессе интенсивной пластической деформацией методом кручения под высоким давлением	86
3.3	Особенности структурных преобразований при высокоскоростной пластической деформации α -титана	93
	Выводы по главе 3	106
Глава 4	СТРУКТУРНЫЕ ПРЕОБРАЗОВАНИЯ, ОБУСЛОВЛЕННЫЕ НАГРЕВОМ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ	108
4.1	Преобразование дислокационной структуры в процессе отдыха и полигонизации α -титана	108
4.2	Преобразования дислокационной структуры β -титана в процессе отдыха и полигонизации	116
	Выводы по главе 4	126
Глава 5	Триботехнические исследования $\alpha+\beta$ -титанового сплава в сочетании с анализом дислокационной структуры в режиме <i>IN-SITU</i>	128
5.1	Изменение структуры $\alpha+\beta$ -титанового сплава в процессе сухого трения скольжения	128
	Выводы по главе 5	139
Глава 6	АПРОБАЦИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ИССЛЕДОВАНИЙ	141

6.1	Методические рекомендации по оценке дефектного состояния металлических сплавов с кристаллическими решетками гексагонального и кубического типов при нагреве и пластической деформации	141
6.1.1	Теоретическая основа методов оценки дефектного состояния материалов	141
6.1.2	Анализ дислокационной структуры материалов с кристаллическими решетками гексагонального и кубического типов	144
6.1.3	Алгоритм оценки дефектного состояния материалов с гексагональной симметрией	145
6.1.4	Пример реализации алгоритма по оценке структурного состояния материала с решеткой гексагонального типа	147
6.2	Экспериментальная установка для проведения <i>in-situ</i> исследований материалов триботехнического назначения с использованием синхротронной микродифрактометрии	147
6.2.1	Устройство и принцип функционирования установки	148
6.3	Использование результатов диссертационной работы в учебном процессе	154
	Выводы по главе 6	154
	ЗАКЛЮЧЕНИЕ	157
	СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ И УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ	162
	СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ	163
Приложение А	ОСНОВНЫЕ ПРОГРАММНЫЕ МЕТОДЫ БИБЛИОТЕКИ « <i>XRDStructureAnalysisMethods</i> »	177
Приложение Б	МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ОЦЕНКЕ ДЕФЕКТНОГО (ДИСЛОКАЦИОННОГО) СОСТОЯНИЯ И ФАЗОВОГО СОСТАВА МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ	180

Приложение В	АКТЫ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ИССЛЕДОВАНИЙ В ПРОИЗВОДСТВЕННЫХ УСЛОВИЯХ	181
Приложение Г	АКТ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЙ УСТАНОВКИ ДЛЯ <i>IN-SITU</i> ИССЛЕДОВАНИЙ МАТЕРИАЛОВ В МЕЖДУНАРОДНОМ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОМ УСКОРИТЕЛЬНОМ КОМПЛЕКСЕ <i>ESRF</i>	184
Приложение Д	СОГЛАШЕНИЕ О ПЕРЕДАЧЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЙ УСТАНОВКИ В МЕЖДУНАРОДНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ УСКОРИТЕЛЬНЫЙ КОМПЛЕКС <i>ESRF</i>	185
Приложение Е	АКТ ОБ ИСПОЛЬЗОВАНИИ РЕЗУЛЬТАТОВ НАУЧНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ В УЧЕБНОМ ПРОЦЕССЕ	186

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность темы исследования

Важнейшая научная парадигма, сформированная многими поколениями материаловедов, связывает свойства металлических сплавов с их структурным состоянием. В этой связи нет сомнений в необходимости контроля структуры на каждом этапе изготовления машиностроительных изделий ответственного назначения, эксплуатирующихся в тяжелых условиях внешнего нагружения. Для решения подобного рода задач может быть использовано множество методов структурного анализа, имеющихся в распоряжении специалистов.

Современные материаловедческие лаборатории оснащены оборудованием, позволяющим исследовать структуру материалов на различных масштабных уровнях. Наиболее востребованы методы металлографического анализа, сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии. Важнейшим их достоинством является возможность визуального восприятия элементов анализируемой структуры, дефектов кристаллического строения, формируемых как на этапе изготовления изделий, так и на различных стадиях их последующей эксплуатации. Снимки, полученные с использованием световых и электронных микроскопов, дают надежные представления о размерах структурных элементов, их форме, распределении в объеме исследуемого объекта.

Абсолютное большинство методов структурного анализа подразумевает дискретный характер их реализации. Дискретность проявляется в том, что исследователь фиксирует структуру, сформированную в один момент времени при каких-либо конкретных условиях обработки материала или на некоторой зафиксированной стадии эксплуатации изделия. Учитывая, что для проведения исследований объект должен быть соответствующим образом подготовлен (вырезан из заготовки, подвергнут шлифованию и полированию), для дальнейших исследований он в большинстве случаев не пригоден. Для получения информации о структурном состоянии материала, соответствующем иным условиям обработки (эксплуатации), необходимо повторить весь цикл испытаний. Так, если речь идет о выявлении структурных изменений в материале, происходящих при эксплуатации каких-либо изделий, необходимо готовить множество объектов исследований, доводить их до различных стадий эксплуатации, фиксируя

таким образом процесс внешнего воздействия, готовить по соответствующей методике образцы и проводить анализ структурного состояния для каждой конкретной точки исследуемого процесса. Таким образом изучают длительные по времени процессы усталостного нагружения, изнашивания, деформации и разрушения при сочетании высокотемпературного и силового воздействия. Для исследований такого рода характерны высокая трудоемкость и большая длительность. Так, например, процессы разработки и аттестации новых материалов авиационного назначения, проводимые специалистами особо высокой квалификации, могут длиться в течение нескольких лет. В последние годы проблема высокой трудоемкости структурных исследований становится все более актуальной. Объясняется это необходимостью сокращения сроков разработки новых типов высокотехнологичных изделий и материалов с улучшенными характеристиками, требуемых для их изготовления. Один из эффективных подходов к решению этой проблемы связан с использованием методов численного моделирования для анализа структуры материалов при их получении, а также при изготовлении и последующей эксплуатации изделий. Следует, однако, учитывать, что адекватность используемых в расчетах моделей должна подтверждаться экспериментально. Принимать ответственные решения только на основании результатов математического моделирования структурных преобразований в материалах в каких-либо условиях внешнего воздействия во многих случаях опасно и недопустимо.

Поиск решений, позволяющих многократно ускорить процессы структурных исследований материалов, всегда представлял повышенный интерес специалистов в области материаловедения. Очевидно, что физические принципы световой и электронной микроскопии, реализованные в современных аналитических приборах, не позволяют эффективно решать анализируемую проблему.

Из совокупности методов, широко используемых для поведения структурных исследований и обеспечивающих высокую точность результатов, в качестве наиболее перспективного может быть выделен метод рентгеноструктурного анализа. В отличие от микроскопических, дифракционные методы, к которым относится и метод рентгеноструктурного анализа, дают информацию, требующую дополнительной расшифровки и соответствующей физической интерпретации.

Одним из факторов, ограничивающих применение традиционных методов рентгеноструктурного анализа при контроле структуры материалов в режиме реального времени, является их длительность, измеряемая десятками минут. С учетом того, что многие исследуемые процессы (нагрев, кристаллизация, фазовые превращения, пластическая деформация и др.) развиваются с достаточно высокими скоростями, необходимо эффективное решение отмеченной проблемы. Вторая особенность, характерная для широко используемых методов рентгеновских исследований, связана с достаточно большими размерами анализируемой площадки, существенно превышающими размеры структурных элементов.

Эффективные решения анализируемых задач, свободные от указанных выше ограничений, основаны на использовании метода дифракции синхротронного излучения. Синхротронное излучение, имеющее электромагнитную природу, возникает при движении заряженных частиц (электронов) в магнитном поле с релятивистскими скоростями по искривленным траекториям. В настоящее время синхротронное излучение представляет собой аналитический инструмент, обеспечивающий уникальные возможности по изучению строения материалов различной природы, в том числе и металлических сплавов.

Важнейшими достоинствами синхротронного излучения являются высокие значения яркости и интенсивности, узкая направленность луча, непрерывный гладкий спектр в рентгеновском диапазоне энергий фотонов, возможность настройки приборов в широком диапазоне длин волн. Чрезвычайно малое временное разрешение, которое обеспечивают современные источники синхротронного излучения (вплоть до пикосекунд) позволяет высокоточными рентгеновскими методами исследовать строение материалов в процессе быстротекущих фазовых переходов, и даже при реализации взрывных технологий. Запись множества следующих друг за другом дифракционных картин обеспечивает технологию, получившую название «дифракционное кино» (дифрактометрия с временным разрешением).

Малый эмиттанс (объем фазового пространства, занимаемого пучком), характерный для современных источников синхротронного излучения, позволяет исследовать строение субмикронных объемов материалов. Регистрируя с высокой производительностью структуру во множестве локально расположенных точек, можно осуществлять картирование больших по площади объектов исследования.

Отмеченные выше особенности принципиально отличают методы дифракции синхротронного излучения от стандартных методов рентгеноструктурного анализа. Можно полагать, что именно методы, реализуемые на современных источниках синхротронного излучения, в наибольшей степени пригодны для изучения структурных преобразований, происходящих в режиме реального времени при реализации технологических процессов получения материалов, их последующей обработке, а также при эксплуатации изделий, полученных из этих материалов.

Следует, однако отметить, что в настоящее время методы дифракции синхротронного излучения при изучении машиностроительных материалов используются редко. Обусловлено это относительно малым количеством источников излучения такого типа. В настоящее время в мире эксплуатируется и находится на стадии проектирования примерно 80 исследовательских установок, позволяющих реализовать методы дифракции синхротронного излучения. Наличие в стране современных синхротронов свидетельствует о ее высоких технологических возможностях. В соответствии с национальным проектом «Наука» в Российской Федерации в 2024 году будет построен один из самых совершенных в мире источников синхротронного излучения 4-го поколения, получивший название СКИФ (сибирский кольцевой источник фотонов). Предполагается, что ряд задач, решаемых на нем, будет связан с изучением структуры металлических материалов в режиме *in-situ*.

Наиболее важные задачи, поставленные в диссертационной работе, основаны на новых методах профильного анализа результатов дифракции синхротронного излучения для исследования структурных преобразований в металлических материалах при реализации таких технологических процессов как нагрев или пластическая деформация заготовок. Используемые при проведении структурных исследований методы профильного анализа обладают высоким потенциалом. Однако, сложность реализации является причиной того, что эти методы используются лишь в фундаментальных научных работах, имеющих малое прикладное значение. В данной диссертационной работе показана возможность их эффективного применения при исследовании структурных превращений в металлических сплавах при деформационном и термическом воздействии, а также при изнашивании в процессе сухого трения скольжения. Т.е. речь идет о решении прикладных задач, связанных с реальными технологическими процессами, широко используемыми в современном машиностроении.

Объектами исследования в представленной к защите диссертации являются образцы из сплавов на основе титана, находящиеся в различном структурном состоянии (сплавы с α -, α' -, β -, $\alpha+\beta$ -, ω -структурой). В настоящее время эти сплавы, обладающие уникальным комплексом свойств (низкими значениями плотности, коэффициента линейного расширения, высокими показателями коррозионной стойкости и удельной прочности, немагнитностью), находят широкое применение в различных видах высокотехнологичного производства при изготовлении изделий ответственного назначения.

Следует подчеркнуть, что разнообразие фаз, возникающих в титановых сплавах, близость их морфологии, объясняет проблемы, возникающие при их идентификации как металлографическими, так и электронно-микроскопическими методами. Поиск надежных методов исследования их структуры, характеризующихся высокой точностью результатов, представляет собой важную научную и прикладную задачу. Решению ее посвящена представленная к защите диссертационная работа.

Одна из причин, по которой в качестве объектов исследования были выбраны сплавы на основе титана, связана с особенностями, характерными для них при реализации методов профильного анализа дифракционных максимумов. Во-первых, корректное описание дифракционных профилей осложняется тем, что в многофазных сплавах максимумы различных фаз накладываются друг на друга, затрудняя их идентификацию. Во-вторых, для некоторых фаз, возникающих в титановых сплавах, характерна высокая анизотропия свойств. Учёт этой особенности требует внесения определенных поправок, приводящих к существенному усложнению расчётов. Игнорирование анизотропии приводит к снижению качества аппроксимации и повышению ошибки определения структурных характеристик материала.

Степень разработанности темы исследования

Анализ результатов исследований сплавов на основе титана позволяет сделать вывод о том, что структура этих материалов подробно изучена на различных масштабных уровнях с использованием различных видов аналитического оборудования. Большой вклад в развитие этих исследований внесли российские научные школы из Москвы, Екатеринбурга, Уфы, Санкт-Петербурга, Томска и других городов, а также зарубежные научные коллективы.

Анализу результатов структурных исследований посвящено множество научных монографий и статей, опубликованных специалистами из разных стран.

Профильные методы дифракционных максимумов являются неотъемлемой частью рентгеноструктурного анализа поликристаллических структур. Первая попытка связать формы дифракционных максимумов с параметрами структуры материала была предпринята Шеррером в начале XX века. В дальнейшем в практику исследований микроструктуры были введены метод Вильямсона – Холла и метод Уоррена – Авербаха. Разработка более сложных фундаментальных представлений о строении кристаллических материалов привела к появлению в конце XX века модифицированных методов профильного анализа, разработанных венгерским ученым Т. Унгаром. Данные методы основаны на теории М.А. Кривоглаза, в которой искажения кристаллической решетки материала связываются с его дислокационной структурой. Подобный подход к уже известным и общепринятым методам представил новые возможности исследования фундаментальных структурных параметров материала. Несмотря на то, что описанные в диссертационной работе подходы по анализу дислокационной структуры поликристаллических материалов были разработаны в конце прошлого века, при исследовании конструкционных материалов в полной мере они не используются, что напрямую связано со сложностью реализации этих подходов. В приложении к материаловедческим задачам потенциал отмеченных методов далек от исчерпания.

Активное развитие исследований, основанных на использовании источников синхротронного излучения, привело к тому, что модифицированные методы профильного анализа дифракционных данных поликристаллических структур становятся более востребованными в научном сообществе. В первую очередь это связано с тем, что использование синхротронного излучения обеспечивает высокую точность измерений, высокое временное и пространственное разрешение. В настоящее время в мире эксплуатируется примерно 80 источников синхротронного излучения, оснащенных исследовательскими станциями, позволяющими на глубоком уровне изучать особенности строения материалов различного назначения. При этом задачи, связанные с исследованием строения машиностроительных конструкционных материалов методом дифракции синхротронного излучения, решаются относительно редко.

Цель и задачи исследования

Цель диссертационной работы заключалась в выявлении закономерностей эволюции фазового состава и дислокационной структуры титановых сплавов при реализации различных схем пластической деформации, нагрева и сухого трения скольжения с применением методов дифракции синхротронного излучения.

Для достижения поставленной цели были сформулированы следующие задачи:

1. Выявление рациональных методов исследования структуры титановых сплавов, основанных на профильном анализе данных рентгеновской дифракции.

2. Разработка программных алгоритмов для расчета структурных параметров титановых сплавов, основанных на методах профильного анализа данных дифракции синхротронного излучения.

3. Выявление особенностей эволюции структуры сплавов на основе α -титана в процессах холодной прокатки, высокоскоростного соударения и индукционного нагрева.

4. Исследование эволюции дислокационной структуры и фазового состава α' -титанового сплава в условиях кручения под высоким давлением.

5. Исследование эволюции дислокационной структуры β -титанового сплава в условиях индукционного нагрева.

6. Исследование структурных преобразований в титановом сплаве с $\alpha+\beta$ -структурой в условиях сухого трения скольжения с использованием метода дифракции синхротронного излучения.

7. Выявление связи между зафиксированными дифракционным методом структурными параметрами и механическими свойствами титановых сплавов.

Научная новизна

1. С использованием метода дифракции синхротронного излучения описаны механизмы преобразований дислокационной структуры на стадиях отдыха и полигонизации в процессе непрерывного нагрева холоднодеформированных титановых сплавов VT1-0 и Ti45Nb. Показано, что начальные этапы нагрева прокатанных в холодном состоянии α -сплава VT1-0 и β -сплава *Ti45Nb* сопровождаются ростом плотности дислокаций на 10 % и 4 % соответственно. Характер изменения среднего радиуса области упругих искажений дислокаций и параметра Вилкенса свидетельствует о том, что на последующих

этапах нагрева одновременно с уменьшением плотности дислокаций образуются высокоэкразированные дислокационные построения и возрастают размеры элементов зеренно-субзеренной структуры. Зафиксированные экспериментально параметры микроструктуры коррелируют с изменением механических свойств на разных этапах нагрева.

2. Путем сканирования продольного среза цилиндрического образца из технически чистого титана синхротронным пучком показано, что в процессе соударения стержня о неподвижную стальную преграду в результате интерференции деформационных волн вблизи переднего торца формируется область с пониженной концентрацией дефектов кристаллического строения. С использованием численного моделирования процессов, сопутствующих соударению тел, установлено, что при скорости метания 234 м/с данная область формируется при отношении длины стержня к его диаметру больше 3,5.

3. Методом дифракции синхротронного излучения установлено, что процесс сухого трения скольжения $\alpha+\beta$ -титанового сплава о твердосплавный индентор сопровождается циклическим накоплением дефектов кристаллической структуры в поверхностном слое сплава $Ti3Fe$ и последующей их частичной аннигиляцией. Показано, что этапы накопления и снижения количества дислокаций в интенсивно деформируемом слое коррелируют со стадиями роста и снижения коэффициента трения.

4. Методом дифракции синхротронного излучения в сочетании с дюрOMETрическим анализом изучен характер неоднородной пластической деформации, имеющей место в процессе кручения под высоким давлением титанового сплава $Ti13Nb13Zr$. Показано, что превращение α' -фазы с образованием β - и ω -фаз развивается лишь в центральной части деформируемого диска. Структурные эффекты коррелируют с изменением микротвердости сплава.

Теоретическая и практическая значимость работы

Значимость работы определяется совокупностью предложений по использованию метода дифракции синхротронного излучения для изучения структурных преобразований в машиностроительных материалах в режиме *in-situ*. Установлено, что этот метод позволяет с высокой точностью выявлять особенности дислокационных преобразований в титановом сплаве в процессе сухого трения скольжения, фиксировать стадии накопления дефектов, адгезионного срыва деформационно упрочненных поверхностно

упрочненных сплавов. Предложенные при выполнении диссертационной работы подходы могут быть использованы при анализе структуры титановых сплавов, подвергнутых различным видам деформационного и теплового воздействия. Разработаны методические рекомендации по использованию метода дифракции синхротронного излучения при исследовании кристаллического строения любых металлических материалов, соответствующих гексагональной и кубической сингониям. В рамках запланированных исследований разработана экспериментальная установка, предназначенная для проведения *in-situ* исследований материалов триботехнического назначения с использованием метода синхротронной микродифрактометрии. Установка передана в Международный исследовательский центр (*European Synchrotron Radiation Facility, ESRF*, г. Гренобль, Франция) и используется при изучении процессов трения и изнашивания металлических сплавов. Выявленные экспериментально особенности преобразования дислокационной структуры в процессах пластической деформации и нагрева дают возможность для развития моделей, связанных с оценкой прочностных свойств сплавов на основе титана. Зафиксированные в работе параметры могут быть использованы при моделировании процессов деформации и нагрева титановых сплавов методом молекулярной динамики.

Методология и методы исследования

В соответствии с поставленной целью и задачами при выполнении диссертационной работы с использованием методов, основанных на дифракции синхротронного излучения, изучали особенности структурных преобразований в титановых сплавах в процессе холодной прокатки, динамического нагружения, кручения под давлением, сухого трения скольжения, а также при нагреве предварительно деформированного материала. В работе использовали современное оборудование, обеспечивающее возможность получения титановых сплавов, их последующей обработки, а также исследования структуры и свойств. Объектами исследований являлись используемые в промышленном производстве материалы, а также перспективные сплавы на основе титана, полученные по технологии дугового переплава в атмосфере аргона с использованием печи *Büehler ArcMelter AM*. Эксперименты по холодной прокатке выполнены на заготовках из технически чистого титана ВТ1-0. Прокатку материалов осуществляли в НГТУ на лабораторном прокатном стане типа «Кварто». Процесс интенсивной пластической деформации методом кручения

под давлением сплава $Ti_{13}Nb_{13}Zr$ реализован на кафедре материаловедения университета г. Сан Карлос (Бразилия). Эксперименты по высокоскоростному соударению стержня из технически чистого титана *Grade2* (тест Тейлора) проведены с использованием пороховой пушки в Институте импульсной энергетики университета г. Кумамото (Япония). Исследования по оценке структурных преобразований в процессе индукционного нагрева выполнены с использованием заготовок из сплавов VT1-0 и $Ti_{45}Nb$. Материалы получены методом аргонодугового переплава и последующей холодной прокатки на лабораторном прокатном стане. Все эксперименты по дифракции синхротронного излучения, за исключением триботехнических экспериментов, проведены на линии P07 «Материаловедение высоких энергий» немецкого электронного синхротрона DESY (г. Гамбург, Германия). Структурные преобразования в процессе сухого трения скольжения изучали методом дифракции в режиме in-situ на линии ID13 источника синхротронного излучения ESRF (г. Гренобль, Франция).

Обработка результатов дифракционных исследований проведена с применением самостоятельно разработанных алгоритмов, реализованных на языке программирования *Python*. Для математического моделирования процесса высокоскоростного соударения стержня со стальной преградой использовали программное обеспечение *Ansys Autodyn 19*. Моделирование процессов методом молекулярной динамики проведено с применением пакета *LAMMPS*.

Процессы пробоподготовки, структурные и механические исследования выполнены в центре коллективного пользования НГТУ «Структура, механические и физические свойства материалов». Для проведения исследований использовали металлографический микроскоп *Carl Zeiss Axio Observer Z1m*; растровый электронный микроскоп *Carl Zeiss EVO50 XVP*; полуавтоматический микротвердомер *Wolpert Group 402MVD*.

Положения, выносимые на защиту

1. Сочетание новых методов профильного анализа результатов дифракции синхротронного излучения и численного моделирования представляет собой эффективный подход к проблеме изучения дислокационной структуры титановых сплавов конструкционного назначения, подвергнутых деформационному, тепловому и фрикционному воздействиям.

2. Высокая анизотропия упругих свойств α -фазы титана является структурным фактором, препятствующим достижению высокой точности

профильного анализа деформируемого холодной прокаткой титана ВТ1-0. Для устранения этой проблемы целесообразно использовать подходы, основанные на учете влияния дислокаций на форму профилей дифракционных максимумов.

3. Признаки структурной неоднородности в виде замкнутой зоны с пониженной плотностью дислокаций вблизи наиболее нагруженного торца титанового стержня, динамически взаимодействующего с неподвижной стальной преградой ($V = 234$ м/с), проявляются при соотношении его длины и диаметра более 3,5.

4. Процесс нагрева холоднодеформированного β -титанового сплава $Ti45Nb$ сопровождается структурными преобразованиями в последовательности: слабый рост плотности дислокаций (до 275 °С), ускоренное снижение плотности дислокаций и образование сильноискаженных дислокационных систем (до 495 °С), образование дислокационных стенок (до 755 °С).

5. В условиях фрикционного взаимодействия образца из сплава $Ti3Fe$ с твердосплавным контртелом на жестких режимах (скорость скольжения $0,47$ мм/с, давление в зоне контакта 87 МПа) процесс сухого трения скольжения сопровождается быстрым нарастанием плотности дислокаций. По окончании 35-40 циклов триботехническая система выходит на стационарный режим, характеризующийся циклическим изменением количества дефектов кристаллического строения.

Степень достоверности и апробация результатов работы

Достоверность полученных результатов обеспечивается применением современного исследовательского оборудования, использованием взаимодополняющих методов анализа, статистической обработкой результатов измерений. Полученные в работе результаты хорошо согласуются с современными представлениями об особенностях формирования дислокационной структуры в условиях термического и деформационного воздействий.

Основные результаты работы докладывались на: VI Международной научно-технической конференции молодых ученых, аспирантов и студентов «Высокие технологии в современной науке и технике» (г. Томск, 2017); IV Всероссийской конференции молодых ученых «Наука и инновации XXI века» (г. Сургут, 2017); VI Международной молодежной научной конференции «Физика. Технологии. Инновации» (г. Екатеринбург, 2019); XX Юбилейной

Всероссийской школе-семинаре по проблемам физики конденсированного состояния вещества (г. Екатеринбург, 2019); Международной научной конференции студентов, аспирантов и молодых учёных «Ломоносов-2019» (г. Москва, 2019); XVI Курчатовской междисциплинарной научной школе (г. Москва, 2019), а также на научных семинарах по материаловедению, проводимых в Новосибирском государственном техническом университете (г. Новосибирск, 2017 - 2020 гг).

Основные результаты по теме диссертации изложены в 12 печатных изданиях, 6 из которых изданы в журналах, рекомендованных ВАК, 6 — в периодических научных журналах, индексируемых Web of Science и Scopus, 6 — в тезисах докладов.

Личный вклад автора заключался в формулировании задач исследования, планировании и проведении экспериментов по исследованию структуры и механических свойств материалов, в том числе и на источниках синхротронного излучения, подготовке публикаций. Большая часть программного обеспечения по обработке данных экспериментов дифракции синхротронного излучения и результатов моделирования автором разработана лично.

Соответствие паспорту заявленной специальности

Тема и содержание диссертационной работы соответствуют паспорту специальности 05.16.09. – Материаловедение (в машиностроении) в части пунктов:

– «теоретические и экспериментальные исследования фундаментальных связей состава и структуры материалов с комплексом физико-механических и эксплуатационных свойств с целью обеспечения надежности и долговечности материалов и изделий» (п.1);

– «разработка и совершенствование методов исследования и контроля структуры, испытание и определение физико-механических и эксплуатационных свойств материалов на образцах и изделиях» (п.6);

– «разработка и компьютерная реализация математических моделей физико-химических, гидродинамических, тепловых, хемореологических и деформационных превращений при производстве, обработке, переработке и эксплуатации различных материалов. Компьютерное проектирование композиционных материалов. Компьютерный анализ и оптимизация процессов получения и эксплуатации материалов» (п.8).

Объем и структура работы

Диссертация состоит из введения, шести глав, заключения, списка сокращений и условных обозначений, списка литературы и шести приложений. Полный объем диссертации составляет 186 страниц, включая 67 рисунков и 10 таблиц. Список литературы содержит 130 наименований.

Глава 1 ВЛИЯНИЕ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ И НАГРЕВА НА СТРУКТУРУ ТИТАНА И ДРУГИХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ. МЕТОДЫ ИЗУЧЕНИЯ СТРУКТУРНЫХ ПРЕОБРАЗОВАНИЙ МАТЕРИАЛОВ

Тема и содержание литературного обзора были определены в соответствии с задачами, поставленными в диссертационной работе, с учетом природы объектов исследования. Практически все задачи связаны с исследованием структурного состояния сплавов на основе титана в условиях пластической деформации и нагрева. Эти способы внешнего воздействия лежат в основе большинства технологических процессов обработки машиностроительных материалов. Существенное обстоятельство, определяющее особенности приведенного ниже обзора, связана с тем, что основным методом исследования структурного состояния титановых сплавов, в соответствии с целью и задачами диссертационной работы является дифракционный анализ синхротронного излучения в диапазоне рентгеновских волн. Исходя из вышесказанного, в представленной главе дается краткий анализ поведения поликристаллических металлических материалов в различных условиях пластической деформации. Кратко описаны преобразования поверхностных слоев металлических материалов в процессе трения скольжения, а также структурные изменения, обусловленные нагревом деформированных материалов. Приведена характеристика используемых в производстве сплавов на основе титана. Завершается литературный обзор описанием методов рентгеноструктурного профильного анализа, позволяющих предоставить точную информацию о дислокационном строении материалов.

1.1 Структурные преобразования поликристаллических материалов в процессах пластической деформации и нагрева

За редким исключением металлические материалы, находящиеся в твердом состоянии, являются поликристаллическими, т.е. состоят из отдельных структурных единиц - кристаллитов, характеризующихся размерами, пространственной ориентировкой и внутренним дислокационным строением. Очевидно, что механические и физические свойства используемых на практике металлов и

сплавов определяются не только их химическим составом, но также присутствующими в них фазами и особенностями кристаллического строения на разных масштабных уровнях.

Наиболее распространенные способы управления структурой как гомогенных, так и гетерофазных металлических материалов основаны на различных видах термической обработки, пластической деформации, а также на сочетании деформационного и термического воздействий. Пластическая деформация позволяет перевести материал в термодинамически нестабильное состояние путем создания в нем точечных и линейных дефектов. Последующий нагрев, в свою очередь, инициирует процессы, связанные с уменьшением свободной энергии, а именно с перераспределением дефектов кристаллического строения и уменьшением их числа, что приводит к существенным структурным изменениям, в том числе и к формированию новых зерен. Помимо этого, повышение температуры материала может приводить к формированию кристаллографической текстуры.

Как пластическая деформация, так и температурное воздействие в значительной степени влияют на дефекты кристаллической структуры металлов и сплавов, представляющие собой различные пространственные нарушения идеальной кристаллической решетки. Экспериментально установлено, что именно особенности дефектов кристаллического строения и характер их распределения оказывают наиболее существенное влияние на комплекс механических свойств материалов. К настоящему времени предложено несколько классификаций дефектов, возникающих в кристаллических материалах. В соответствии с одной из них в зависимости от размеров дефекты делят на точечные (нульмерные), линейные (одномерные), поверхностные (двумерные) и объемные (трехмерные).

Среди множества несовершенств кристаллического строения металлических материалов особую роль играют линейные дефекты - дислокации. Именно они в наибольшей степени определяют уровень таких механических свойств твердых тел как прочность и пластичность. Дислокации играют важную роль в развитии процессов кристаллизации, диффузии, определяют характер фазовых превращений и ряд других явлений [1].

По своей сути дислокация является линейным дефектом, нарушающим непрерывность смещения между двумя частями кристалла, из которых одна претерпела сдвиг, а другая нет. В присутствии этих дефектов деформация материала осуществляется не путем одновременного однородного сдвига одной

части кристалла относительно другой, а последовательным перемещением дислокаций по плоскостям скольжения [2].

Следует подчеркнуть, что ряд свойств, характерных для металлических материалов, невозможно объяснить с точки зрения движения единичных дислокаций. Для этого необходимо учитывать вероятность формирования более сложных дислокационных построений. Впервые возможность экспериментально наблюдать дислокационную структуру материалов появилась во второй половине XX века, благодаря развитию метода трансмиссионной электронной микроскопии. Именно тогда было обнаружено, что дислокации склонны взаимодействовать друг с другом, образуя сложные ансамбли, вступать в реакции между собой, рекомбинировать. Полученные экспериментально данные позволили разработать теорию строения реальных твердых тел, использование которой дает возможность наиболее корректно описывать их механические, теплофизические и электрические свойства.

В соответствии с представлениями, которые развивал профессор Л.И. Тушинский [3], дефекты поликристаллического строения рационально анализировать на трёх масштабных уровнях: макроструктурном (крупные зерна, дендриты), мезоструктурном (субзерна, полигоны, ячейки, дислокационные ансамбли), микроструктурном (отдельные дислокации, точечные дефекты). Такая иерархия (либо ее разновидности) используется в различных областях науки, включая физику конденсированного состояния, механику твердого тела и другие науки о материалах. Следует подчеркнуть, что в литературных источниках встречаются и другие виды классификации структуры металлических материалов [4].

В последние годы во многих работах отдельно выделяют наноразмерный масштабный уровень, характерные размеры структурных элементов которого не превышают 100 нм. Понятием наноразмерного масштабного уровня оперируют в тех случаях, когда объектами исследования являются измельченные до нанокристаллического состояния материалы [5]. С появлением новых экспериментальных данных и развитием теоретических представлений о строении металлических материалов возникла необходимость введения классификации кристаллических тел, основанной на масштабе основных структурных элементов. На данный момент одной из наиболее полных и завершенных представляется классификация, предложенная Э.В. Козловым с соавторами [4]. В обобщенном виде она приведена в таблице 1.1.

Таблица 1.1 — Классификация поликристаллических материалов

Тип структуры	Масштаб структурных элементов	Структурные особенности
Нано-кристаллическая	3 - 10 нм	Нечетко сформированные границы кристаллитов. Параметры кристаллической решетки близки к идеальным.
Субмикро-кристаллическая	10 - 100 нм	Дислокации расположены преимущественно по границам зерен.
Микро-кристаллическая	0,1 - 1 мкм	Границы зерен более совершенны. Кристаллиты содержат дислокации.
Мелко- и крупно-зернистая	1 мкм - 1 мм	Четкие межзеренные границы. Границы зерен являются источниками дислокаций.

Нано- и субмикрокристаллические материалы представляют особый интерес, поскольку во многих случаях они обладают свойствами, не характерными для крупнозернистых материалов.

1.2 Пластическая деформация металлических материалов

Многие процессы обработки машиностроительных материалов (прокатка, штамповка, волочение, ковка, обработка резанием и т.д.) в значительной степени связаны с проявлением их пластичности. Назначение оптимальных режимов этих технологических процессов возможно лишь с учетом ресурса пластических свойств материалов, которые определяются их структурным состоянием.

Пластичность является одним из наиболее характерных свойств материалов, обладающих металлической связью. Несмотря на то, что данное свойство известно человечеству с древнейших времен, наиболее полное обоснование его физической природы появилось лишь в XX веке с развитием таких дисциплин как физика твердого тела, материаловедение и кристаллография [6].

Полагают, что важнейшая причина проявления пластичности металлов обусловлена природой их химической связи, которая характеризуется ненаправленностью, общей делокализацией электронов, а также электронодефицитом

[7]. Расчеты, проведенные Я.И. Френкелем [8] в 1926 году прошлого века, показали, что при использовании модели идеального кристаллического тела имеет место огромное расхождение между результатами экспериментальных исследований и расчетных данных. Оказалось, что теоретическая прочность материалов превышает реальную на несколько порядков. Введенное в кристаллофизику понятие дислокаций, как линейных дефектов кристаллической решетки, позволило расширить модель реального твердого тела и вывести теорию пластичности на новый уровень.

Помимо высокой пластичности для металлических материалов характерно явление деформационного упрочнения, природа которого убедительно объяснена с позиции изменения их структуры в процессе пластической деформации. Экспериментально установлено, что на разных стадиях пластического течения материалов возникают различные дислокационные построения, которые соответствующим образом ограничивают подвижность имеющихся дислокаций и препятствуют зарождению новых. Подробное описание процессов структурных преобразований, происходящих при деформации металлических материалов, отражено в работах Н.И. Коневой и Э.В. Козлова [9; 10]

Хорошо известно, что преобразования дислокационной структуры, обусловленные пластической деформацией, могут привести к существенным изменениям комплекса механических свойств металлических сплавов. В производственных условиях широко распространена обработка материалов давлением в холодном состоянии. Речь идет о таких технологических процессах как волочение, ковка, штамповка и др. [11]. Сопровождаясь коллективными дислокационными преобразованиями, отмеченные процессы приводят к существенному упрочнению материалов.

Цель многих исследований, проводимых в последние десятилетия, связана с получением структуры субмикроструктурного и нанокристаллического типов. Одно из решений подобного рода задач основано на деформации заготовок с высокими степенями при температурах не выше температуры возврата материала. Методически важно чтобы схема деформационного воздействия не приводила к существенному изменению геометрических размеров заготовок и обеспечивала таким образом возможность многократной деформации материала. Процессы обработки с высокими степенями пластической деформации, сопровождающиеся формированием нанокристаллической структуры, называют интенсивной пластической деформацией (ИПД) [12]. В зарубежной

литературе для описания такого типа воздействий используется термин «*severe plastic deformation (SPD)*», что дословно переводится на русский язык как «жесткая пластическая деформация».

Несмотря на то, что принципы, лежащие в основе интенсивной пластической деформации, были разработаны еще в 30-х годах прошлого века Бриджменом, первые успешные работы по получению объемных наноструктурированных материалов методом ИПД были выполнены только в конце 70-х годов по руководством В.М. Сегала в Минске и 80-х годах и Р.З. Валиевым с сотрудниками в Уфе. К настоящему времени предложены разнообразные методы интенсивной пластической деформации металлических сплавов на основе железа, алюминия, титана и других металлов. Наиболее распространенными среди них являются процесс равноканального углового прессования и его различные модификации [13; 14]. Кроме того, в литературе подробно описаны технологии кручения под высоким давлением (КВД) [15], всестороннейковки (*abc* - деформация) [16], глубокой деформации методом холодной прокатки, а также трибологические процессы (например, трение с перемешиванием) [17]. Для получения наноструктурированного состояния также применяют ИПД в сочетании с классическими методами пластической деформации.

Использование интенсивной пластической деформации в холодном состоянии позволяет формировать поликристаллическую структуру с особо мелким размером зерна. Однако, возникшая в таких условиях структура является неупорядоченной и сильно дефектной. В некоторых работах авторы описывают ее как поликристаллический агрегат, состоящий из зеренной и зернограничной составляющих [18]. Характеризующаяся повышенной степенью дефектности зернограничная составляющая включает в себя не только межкристаллитные границы, но и прилегающие к ним приграничные области. При этом внутриверенная составляющая является неупорядоченной, а ее структурные элементы разделены неравновесными границами, пересыщенными дислокациями. Таким образом, важным критерием качества нано- и субмикроструктурной структуры, возникающей в процессе интенсивной пластической деформации, является не только размер образующихся структурных элементов (зерен, ячеек), но также и строение высокодефектных зернограничных зон.

Существенные особенности анализируемых нано- и субмикроструктурных построений связаны также с характером распределения в них дислокаций. Методами структурного анализа показано, что дефекты этого типа преимуще-

ственно сконцентрированы в приграничных областях, дислокационные ячейки в структуре кристаллитов отсутствуют.

Высокая плотность дефектов кристаллического строения является основной причиной формирования внутренних напряжений в холоднодеформированных металлических материалах. Для полученных таким образом материалов характерны избыточная упругая энергия и формирование дальнедействующих полей упругих напряжений. Отмеченные факторы являются причиной искажения кристаллической решетки материала внутри кристаллитов, что приводит к изменению объема элементарной ячейки. Указанное обстоятельство объясняет тот факт, что свойства нанокристаллических и крупнозернистых материалов значительно отличаются.

В качестве одного из характерных примеров можно привести снижение температуры начала рекристаллизации материалов с уменьшением размеров их структурных элементов. Причины такого изменения связаны с проявлением ряда факторов. Одним из них является упругая энергия, накопленная в результате пластической деформации материала, а также резкий рост напряжений, создаваемых дефектами кристаллической структуры. Вторым фактором связан с повышением общей разориентировки кристаллитов деформируемого с высокими степенями материала. Третьим фактором является повышенная подвижность границ зерен, обусловленная снижением энергии активации процесса диффузии [19]. Другим примером является повышение ряда важных показателей механического поведения материалов после ИПД, таких как прочность и твердость. Подробно данный вопрос рассматривается в разделе 1.6 диссертационной работы.

1.3 Высокоскоростная пластическая деформация

Среди всех видов механического воздействия на материалы особое место занимает высокоскоростная деформация, т.к. развивающиеся при этом структурные преобразования значительно отличаются от процессов, имеющих место при статической или квазистатической деформации. Так, в процессе статического нагружения система находится в равновесном состоянии, т.е. общая векторная сумма сил, приложенных к телу, близка к нулю. В условиях высокоскоростной пластической деформации одна часть системы находится под

воздействием приложенных сил, тогда как другая еще нет. При этом напряжения перемещаются по телу со скоростями, зависящими от скорости деформации [20].

Особенности поведения материалов в условиях высокоскоростной пластической деформации представляют повышенный интерес специалистов, связанных с разработкой многих видов изделий. При проектировании современных воздушных и морских судов, космических аппаратов, защитных контейнеров, предназначенных для транспортировки ответственных грузов, необходимо учитывать возможность возникновения аварийных ситуаций, связанных с динамическим воздействием на конструкцию. Аналогичный характер нагружения материалов проявляется также при реализации различных технологических процессов. Так, например, в авиастроении широкое применение получил метод взрывной штамповки, позволяющий формировать конструкции из особо прочных материалов с меньшими, по сравнению с классической штамповкой, энергозатратами.

Высокие скорости пластической деформации характерны для сварки материалов взрывом. В соответствии с расчетными данными, представленными в работе [21], в зоне наибольших давлений шириной несколько десятков микрометров скорость деформации может превышать $1,5 \cdot 10^7 \text{ с}^{-1}$. Из всей совокупности методов изучения процессов высокоскоростного деформирования материалов наиболее часто применяют тест Тейлора и исследования, основанные на использовании разрезного стержня Гопкинсона – Кольского (РСГК). Кроме схем высокоскоростного деформирования данные методы отличаются значениями характерных для них скоростей деформации.

Согласно классификации механических испытаний Линдхольма [22] метод РСГК характеризуется скоростями деформации в диапазоне $3 \cdot 10^1 - 10^4 \text{ с}^{-1}$, тогда как подход, предложенный Тейлором, позволяет превысить величину 10^4 с^{-1} . Так, например, по данным, представленным в работе [23], скорость деформации титанового сплава *Ti6Al4V* при исследовании методом РСГК достигает значений $10^2 - 10^3 \text{ с}^{-1}$, при этом метод Тейлора позволяет повысить скорость деформации материала до $10^4 - 10^6 \text{ с}^{-1}$.

1.4 Структурные преобразования, развивающиеся при нагреве пластически деформированных металлов

Структурные преобразования, обусловленные нагревом металлических сплавов лежат в основе многих технологических процессов, используемых в машиностроительном производстве. Контроль за этими преобразованиями на разных этапах обработки позволяет надежно управлять конечным структурным состоянием, а следовательно и комплексом механических свойств материала.

Как отмечалось ранее, пластическая деформация сопровождается повышением свободной энергии системы. В то же время в определенных условиях ее уровень может быть снижен. Процессы, способствующие снижению свободной энергии, связаны с перераспределением и аннигиляцией дефектов кристаллического строения. В природе они проявляются в материалах различных типов. Так, например, специалистами в области геологии и минералогии описаны структурные преобразования, развивающиеся в материалах при высоких значениях давления и температуры в верхних слоях мантии планеты [24–26].

Значительными структурными преобразованиями сопровождаются также процессы формирования и движения ледников. Высокое давление верхних слоев приводит к уменьшению пористости нижних слоев снега и образованию фирна - плотной снежной массы, которая впоследствии рекристаллизуется, преобразуясь в лед. Увеличение размеров кристаллов и уменьшение количества дефектов, происходящие в процессе рекристаллизации, способствуют последующему движению ледниковых масс [27–29].

Важнейшим технологическим фактором, способствующим перераспределению дефектов кристаллического строения, их перестройке и аннигиляции в металлических материалах, является температура нагрева изделий. Этот параметр в значительной степени определяет характер дислокационных преобразований, развивающихся в пластически деформируемых материалах. В зависимости от температуры нагрева материалов говорят о процессах, происходящих в холодном, теплом или горячем состоянии. В свою очередь тип структуры, обусловленный температурно-силовыми режимами обработки, определяет комплекс механических свойств материалов [30; 31].

Особенности структурных изменений, происходящих в материалах при их нагреве, в литературе описаны достаточно подробно. Предложено несколько

видов классификации явлений в пластически деформированных материалах, подверженных нагреву. Одна из них, связанный с особенностями «залечивания» дефектов кристаллического строения, предполагает разделение процессов отдыха, полигонизации и рекристаллизации [32].

Следует, однако, подчеркнуть, что процессы, развивающиеся в материалах при нагреве, лимитируются, главным образом, их кинетикой. В соответствии с этим обстоятельством во многих случаях предпочтительной является классификация, согласно которой процессы залечивания разделяются, исходя из элементарных механизмов их развития. Классификация этого типа предполагает возможность следующих преобразований: рекомбинация ближних и дальних пар Френкеля, миграция межузельных атомов к стокам, миграция вакансий к стокам, рекомбинация винтовых дислокаций, рекомбинация краевых дислокаций, образование субзерен, их рост и разворот, формирование большеугловых границ и их миграция [33].

Описание поведения материалов на стадии их обработки и эксплуатации может быть основано на использовании соответствующих количественных физических моделей, создание которых требует глубокого и детального понимания процессов структурных преобразований, развивающихся в конкретных условиях. Большинство современных моделей реализовано на мезоскопическом структурном уровне и требует отдельного рассмотрения вопросов нуклеации [19; 34].

1.5 Особенности процессов, происходящих в структуре металлических материалов в условиях трения скольжения

Одна из задач, поставленных в диссертационной работе, была связана с изучением структурных преобразований в процессе пластической деформации титановых сплавов, развивающихся на этапе эксплуатации изделия. В качестве процесса такого рода было выбрано интенсивное изнашивание в условиях сухого трения скольжения.

Структурная теория износостойкости была сформирована к концу 80-х годов прошлого века как часть структурной теории прочности. На начальных этапах ее развития основным параметром, определяющим стойкость материала к износу, считалась его первоначальная структура. Однако, последующее развитие трибологии позволило сформировать новую парадигму структурной

износостойкости, основанную на необходимости учета динамической мезо-структуры, т.е. структуры, которая видоизменяется в процессе изнашивания материалов.

Трение является сложным, комплексным процессом, совмещающим в себе несколько этапов (не всегда последовательных). Под действием нагрузки в поверхностных слоях трущихся тел развиваются процессы пластической деформации. Динамический характер процесса трения является одной из причин локального повышения температуры и структурных преобразований, связанных с нагревом материала. Экспериментально установлено, что процессы пластической деформации, развивающиеся при трении, имеют различный характер. Так, например, в работе К.Л. Джонсона [35] выделены следующие типы преобразований поверхностных слоев:

- пластическая деформация на первых этапах контакта тел и упругая при установившемся трении;
- стационарный режим пластической деформации, включающий в себя замкнутый цикл упрочнения и разупрочнения;
- стационарный режим, при котором на каждом цикле происходит накопление пластической деформации.

Один из наиболее важных аспектов процесса трения имеет структурно-энергетический характер. Б.И. Костецкий отмечал, что наиболее значимые результаты структурно-энергетической приспособляемости трущихся тел проявляются в тонких слоях вторичных структур трения, образующихся в процессах структурной перестройки исходных материалов. Построения такого типа получили название «диссипативные структуры». В работе [36] отмечалось что образование диссипативных структур, сопровождающееся локальным повышением энтропии, должно уменьшать интенсивность изнашивания материалов. Достигаться это может двумя путями: снижением коэффициента трения и остановкой процесса трения при схватывании. Явление схватывания, в свою очередь, напрямую связано с адгезионными свойствами взаимодействующих тел. Схватывание поверхностных слоев представляет одну из причин образования продуктов изнашивания, которые могут приводить к появлению новых механизмов трения, выступая в роли абразивных частиц.

1.6 Влияние структурных параметров на прочностные свойства материалов

С практической точки зрения особый интерес специалистов представляет влияние параметров структуры материалов на их механические свойства. Попытки связать уровень прочностных свойств и твердость сплавов с их дислокационной структурой были предприняты во многих исследованиях, проводимых во второй половине XX-го века. Краткое описание основных механизмов упрочнения приведено в работах [3; 37; 38]. Обычно, анализируя прочность материалов, в качестве наиболее важных рассматривают следующие структурные факторы:

- упрочнение барьерами Пайерлса – Набарро ($\sigma_{\text{П}}$);
- взаимодействие движущихся дислокаций с дислокациями «леса» ($\sigma_{\text{дл}}$) и дислокационными стенками полигонов и ячеек ($\sigma_{\text{дп}}$);
- твердорастворное упрочнение, возникающее за счет растворенных в матрице элементов ($\sigma_{\text{р}}$);
- упрочнение дисперсными фазами ($\sigma_{\text{ф}}$);
- упрочнение структурными барьерами (границами зерен) ($\sigma_{\text{з}}$).

Наличие связи механических свойств со структурой является основополагающей идеей теории конструктивной прочности поликристаллических материалов. Задачи, связанные с упрочнением материалов, сводятся не столько к повышению общей концентрации дислокаций, сколько к оптимизации их количества и рациональному распределению в объеме. Обусловлен такой подход двойственной ролью структурных дефектов, которые могут как упрочнять материалы, так и создавать очаги их разрушения [33].

Основными особенностями материалов, полученных методами пластической деформации, являются наличие текстуры деформации, анизотропия структуры и свойств материалов, а также низкие показатели их пластичности. Все эти факторы прямо или косвенно оказывают влияние на механические свойства, скорректировать которые можно методами термического воздействия пластически деформированных материалов.

В литературе рассматривается несколько моделей, связывающих основные параметры структуры и прочностные свойства материалов. При описании гомогенных однофазных материалов используют модели, основанные на дисло-

кационных теориях упрочнения. Модель Тейлора, представляющая упрочнение материалов как результат взаимодействия дислокаций, имеет вид

$$\sigma_T = \alpha G b \sqrt{\rho}, \quad (1.1)$$

где σ_T - предел текучести материала;

G - модуль сдвига;

b - величина вектора Бюргерса;

α - геометрический фактор, зависящий от распределения взаимодействующих дислокаций и их типа. Например, значение $\alpha \approx 0,1$ соответствует взаимодействию параллельных дислокаций в одной системе скольжения, а более высокие значения – дислокациям «леса» [39]. Построение зависимостей типа « $\sigma - \rho$ » во многих случаях позволяет провести оценку параметра α .

Басински предпринял попытку [40] модернизировать выражение Тейлора путем введения корректировки на среднее расстояние между дислокациями $L = 1/\sqrt{\rho}$. Полученное им выражение прочности выглядит следующим образом:

$$\sigma_B = \alpha G b \sqrt{\rho} \ln(L/r_0) \quad (1.2)$$

где $r_0 \approx b$.

Однако ввиду особенностей дислокационного строения ОЦК и гексагональных материалов использование данной модели ограничивается лишь материалами с ГЦК структурой.

Наиболее известным и обоснованным уравнением, связывающим величину упрочнения с размерами зерен поликристаллических материалов, является зависимость Холла – Петча:

$$\sigma_{ХП} = K d^{-0.5},$$

где d - средний размер зерна;

K - постоянная величина, характеризующая материал.

Согласно этой модели, границы зерен, являясь препятствиями для движущихся дислокаций, вносят дополнительный вклад в упрочнение материала. Разработаны также модели субструктурного упрочнения, предполагающие, что источниками дислокаций являются стенки субзерен, вклад которых в общее

упрочнение материала определяется их длиной. Согласно модели Кульман-Вильсдорф, вклад подобного типа упрочнения в предел текучести материала связан с диаметром ячейки l зависимостью

$$\sigma_{\text{КВ}} = k_c l^{-1}, \quad (1.3)$$

где k_c - константа, являющаяся мерой сопротивления границ проникновению дислокаций.

Учитывая, что в большинстве случаев в результате пластической деформации формируется смешанная ячеисто-субзеренная структура, общее уравнение упрочнения за счет границ структурных элементов приобретает вид

$$\sigma_{\text{Б}} = k_c l_c^{-m}, \quad (1.4)$$

где m в зависимости от доминирования того или иного типа структуры принимает значения от 1/2 до 1.

Следует отметить, что в большинстве случаев пластическая деформация материалов приводит к активации одновременно нескольких механизмов дислокационного упрочнения. Таким образом, более строгий анализ требует учета синергетического эффекта, обусловленного проявлением совокупности дислокационных механизмов. Однако, зачастую сложность учета вклада того или иного механизма упрочнения и размеров основных элементов структуры поликристаллических материалов приводит к различию расчетных данных, полученных разными авторами при изучении даже одних и тех же материалов.

1.7 Фазы в сплавах на основе титана

Краткий анализ сплавов на основе титана обусловлен тем, что материалы этого типа были выбраны в качестве объектов исследования. Сплавы на основе титана являются важнейшим видом конструкционных материалов, широко используемых в современном машиностроении. В отличие от сплавов на основе железа, титановые сплавы изучены гораздо в меньшей степени. Обусловлено это наличием нескольких полиморфных модификаций (как стабильных, так и метастабильных), обладающих разной симметрией. Это обстоятельство затрудняет анализ структурных преобразований, происходящих при различных видах термической и термомеханической обработки. Развитие современных методов исследования и разработка новых видов аналитического оборудования

дает возможность выявлять особенности структурных преобразований не только на модельных гомогенных материалах, таких как медь, алюминий, железо, но и при изучении более сложных промышленных сплавов, к которым относятся и сплавы на основе титана.

Несмотря на то, что титан был открыт еще в XVIII веке, практический интерес к этому элементу и сплавам на его основе активно проявился лишь в середине прошлого века. Именно тогда стали очевидными преимущества титановых сплавов как материалов авиационного назначения. Температура плавления чистого титана довольно высока (1668 ± 4 °C), а скрытая теплота плавления почти в два раза больше, чем у железа [41].

Титановые сплавы являются одними из наиболее распространённых конструкционных материалов, используемых при производстве высокотехнологичных изделий ответственного назначения. Благодаря высокой коррозионной стойкости, низкой плотности и комплексу механических свойств как чистый титан, так и сплавы на его основе успешно применяются в авиастроении, судостроении, энергетике, медицине и других отраслях производства [42–46].

1.7.1 Характеристика титановых сплавов и образующихся в них фаз

В зависимости от технологических условий титан может находиться в нескольких стабильных и метастабильных аллотропных модификациях. К стабильным относятся гексагональная α - и кубическая β -фазы. α -модификация является низкотемпературной и существует при нагреве до 882,5 °C. Превышение данной температурной отметки стабилизирует высокотемпературную β -модификацию, обладающую кубической объемноцентрированной решеткой. Ввиду относительно малой компактности ОЦК структура характеризуется большей колебательной энтропией, следовательно, при нагреве ее свободная энергия будет уменьшаться быстрее по сравнению со структурами других типов [47].

Широкая номенклатура используемых на практике титановых сплавов обуславливает необходимость введения классификации, отражающей в себе фазовый состав и свойства этих материалов. Наиболее распространенной является классификация, описанная в работе [48], согласно которой титановые сплавы делятся на α -, псевдо- α -, β -, псевдо- β -, ($\alpha + \beta$)-сплавы, а также сплавы на основе интерметаллидов.

Стабилизация структуры отмеченных сплавов обеспечивается введением в них различных легирующих элементов. Выделяют:

- α -стабилизаторы (C, N, O, Al, Ga);
- β -изоморфные стабилизаторы (V, Nb, Ta, Mo);
- псевдо- β -изоморфные стабилизаторы (W, Ir, Ru, Rh, Re, Os);
- β -эвтектоидные стабилизаторы ($Mn, Fe, Cr, Si, Cu, Co, H$).

Разница между стабилизаторами выражается, во-первых, в характере их воздействия на температуру полиморфного превращения титана, а во-вторых, в типе твердого раствора, образующегося при взаимодействии с титановой матрицей. Влияние стабилизирующих элементов на фазовый состав сплавов отражено на рисунке 1.1.

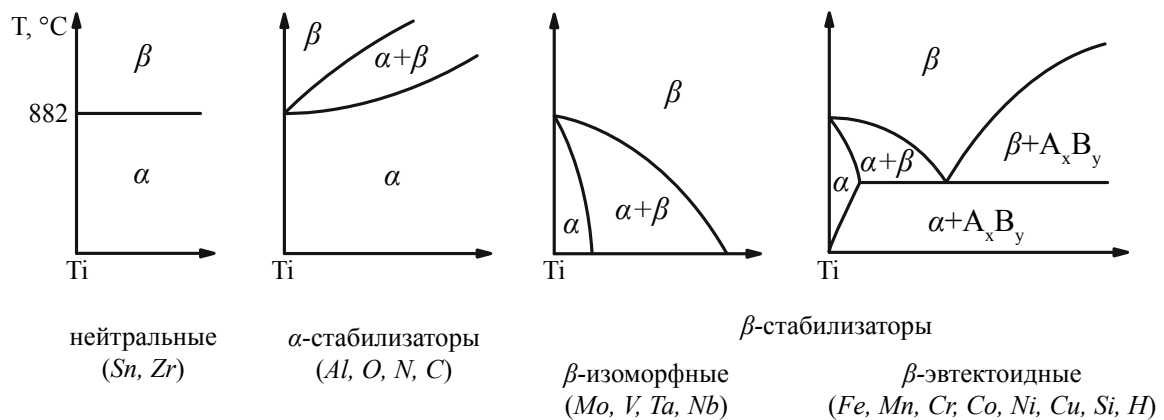


Рисунок 1.1 — Влияние легирующих элементов на фазовый состав титановых сплавов [49]

Структура α -сплавов представлена соответствующей фазой. Повышение доли β -стабилизаторов позволяет получить псевдо- α -сплавы, структура которых характеризуется присутствием α -фазы и небольшим (до 5%) количеством β -фазы. Наиболее распространенными являются сплавы системы $\alpha+\beta$, содержащие в своем составе повышенное количество β -стабилизирующих элементов. Увеличение доли β -стабилизаторов приводит к образованию чистой β -структуры.

Помимо основных стабильных фаз в титане возможно образование и ряда метастабильных фаз. Элементарные ячейки и кристаллографические характеристики стабильных и метастабильных фаз титана представлены на рисунке 1.2

Таблица 1.2 — Основные фазы титана и их кристаллографические характеристики

	ПГС	Параметры элементарной ячейки						c/a^1
		a , нм	b , нм	c , нм	α , °	β , °	γ , °	
Стабильные фазы								
α/α' [51]	$R\bar{6}_3/mmc$	0,295	0,295	0,468	120	90	90	1,586
β [52]	$Im\bar{3}m$	0,328	0,328	0,328	90	90	90	-
Метастабильные фазы								
α'' [53]	$Cmcm$	0,310	0,490	0,466	90	90	90	-
ω [54]	$R\bar{6}/mmm$	0,465	0,465	0,282	120	90	90	0,606

¹только для гексагональной сингонии

и в таблице 1.2. Столь существенные различия в параметрах решетки между фазами титана не могут не приводить к значительным различиям в их свойствах. В качестве примера можно привести упругость фаз, характеризующуюся модулем Юнга. В таблице 1.3 приведены значения модулей Юнга некоторых фаз в направлениях [100], [001], [110] и [111], а также их отношение к величине, соответствующей направлению [100].

Анализ приведенных данных позволяет сделать вывод о том, что упругие свойства фаз кардинально различаются между собой. Эти различия оказывают влияние не только на физические и механические свойства материалов, но также определяют особенности использования некоторых методов их анализа, что подробно обсуждается в разделе 1.8 диссертационной работы.

Один из наиболее важных разделов, касающихся фазового состава титановых сплавов, связан с образованием метастабильных фаз при различных воздействиях на материалы. Типичным методом получения метастабильных фаз титана является закалка сплавов, т.к. начиная с некоторой концентрации легирующих компонентов температура мартенситного превращения снижается до комнатной [48]. На рисунке 1.3 представлен фазовый состав титановых сплавов с изоморфными β -стабилизаторами, свидетельствующий о том, что закалка из β -области приводит к образованию метастабильной структуры сплавов.

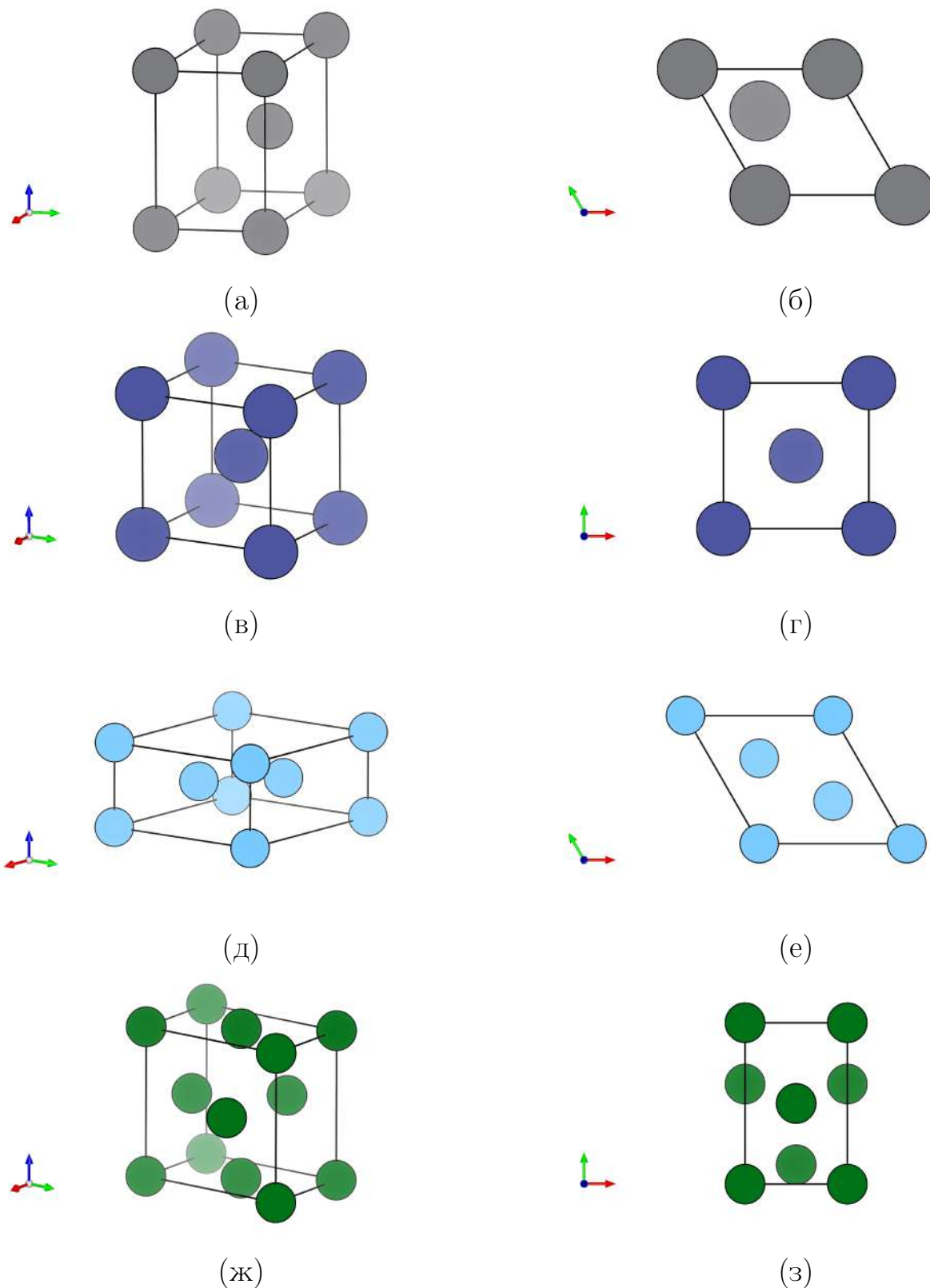


Рисунок 1.2 — Элементарные ячейки: α - и α' - (а, б); β - (в, г); ω - (д, е); α'' - (ж, з) модификаций титана. В случае α - и α' -титана центр координат сдвинут до ближайшего атома в элементарной ячейке. Для построения ячеек использовали кристаллографический визуализатор *VESTA* [50]

Таблица 1.3 — Упругие свойства некоторых полиморфных модификаций титана

	α [55]	β [56] ¹	ω [57] ²
Элементы тензора податливости, ГПа ⁻¹			
s_{11}	9,62	28,72	6,14
s_{33}	6,84	-	7,59
s_{44}	21,5	18,18	17,86
s_{12}	-4,67	-12,95	-1,01
s_{13}	-1,81	-	-2,23
Модуль Юнга в некоторых кристаллографических направлениях ³ , ГПа			
E_{100}	103,95	34,80	162,99
E_{001}	146,15	34,80	131,74
E_{110}	103,95	80,44	162,98
E_{111}	126,98	142,81	154,75
Отношение E_{hkl}/E_{100}			
E_{001}/E_{100}	1,41	1,00	0,81
E_{110}/E_{100}	1,00	2,31	1,00
E_{111}/E_{100}	1,22	4,10	0,95

¹согласно уравнению (4), приведенному в работе [58];

²согласно работе [59];

³согласно таблице 53.2, приведенной в работе [60].

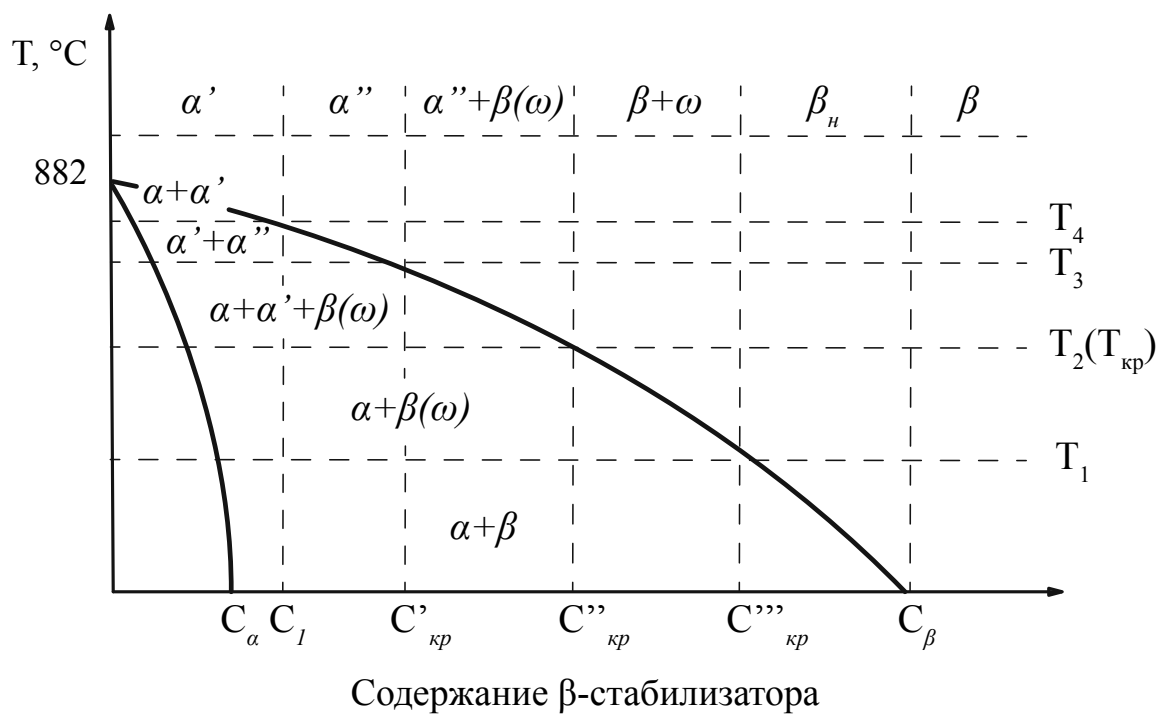


Рисунок 1.3 — Фазовая диаграмма мартенситных превращений в титановых сплавах [48]

1.7.2 Изменение структуры α -титана в процессе холодной пластической деформации

Как отмечалось в разделе 1.7.1, α -модификация титана относится к гексагональной сингонии. Согласно работам И. Драгомира [61] и П. Климанека [62] в гексагональных материалах присутствует 11 основных систем скольжения, подразделяющиеся по типам на базисную (Б), призматическую (Пр) и пирамидальную (П) (таблица 1.4 и рисунок 1.4). Однако, во время пластической деформации распределение дислокаций по этим системам не равномерно, что связано, в первую очередь, с параметрами решетки кристаллов. Кристаллы, относящиеся к пространственной группе симметрии $R6_3/mmc$, в процессе кристаллизации приобретают плотнейшую упаковку гексагонального типа (ГПУ), характеристикой которой является отношение параметров решетки c/a . В идеальной ГПУ-решетке отношение c/a составляет 1,633, однако для α -титана оно меньше (1,586) (таблица 1.2). Отмеченное отклонение приводит к тому, что основными плоскостями скольжения в титане, в отличие, например, от классического ГПУ материала (магния), являются призматические плоскости. Объясняется такое поведение тем, что приоритетными плоскостями скольжения являются низкоэнергетические, т.е. наиболее плотноупакованные плоскости. Подробное описание этого явления приведено в монографии [63].

Для всех ГПУ металлов основным направлением скольжения является плотноупакованное направление $\langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$. Следовательно, предпочтительной системой скольжения в титане является призматическая система $\{10\bar{1}0\} \langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$, менее активна базисная $\{0001\} \langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$, а все остальные системы относятся к малоактивным.

В то же время скольжение дислокаций не является единственным механизмом деформации гексагональных материалов в общем, и титана, в частности. В том случае, если ось деформации образует малые углы с плоскостью скольжения, пластическое течение металла может осуществляться путем двойникования материала. Согласно классическим представлениям, оба эти механизма (скольжение и двойникование) имеют дислокационную природу [64]. Кроме них существуют иные механизмы пластического течения, связанные, например, с внутрикристаллическими переориентировками или зернограничным проскальзыванием. В связи с тем, что данные механизмы не типичны для гексагональных систем, в данном обзоре они подробно не рассматриваются.

Таблица 1.4 — Основные системы скольжения в гексагональных кристаллах

Тип системы скольжения	Обозначение системы скольжения	Вектор Бюргерса	Плоскость скольжения	Тип вектора Бюргерса
Краевые дислокации				
Базисная	Б	$\langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$	{0001}	$\langle a \rangle$
Призматические	Пр1	$\langle \bar{2}110 \rangle$	{01 $\bar{1}$ 0}	$\langle a \rangle$
	Пр2	$\langle 0001 \rangle$	{01 $\bar{1}$ 0}	$\langle c \rangle$
	Пр3	$\langle \bar{2}113 \rangle$	{01 $\bar{1}$ 0}	$\langle c+a \rangle$
Пирамидальные	П	$\langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$	{10 $\bar{1}$ 1}	$\langle a \rangle$
	П2	$\langle \bar{2}113 \rangle$	{2 $\bar{1}$ $\bar{1}$ 2}	$\langle c+a \rangle$
	П3	$\langle \bar{2}113 \rangle$	{11 $\bar{2}$ 1}	$\langle c+a \rangle$
	П4	$\langle \bar{2}113 \rangle$	{10 $\bar{1}$ 1}	$\langle c+a \rangle$
Винтовые дислокации				
	В1	$\langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$		$\langle a \rangle$
	В2	$\langle \bar{2}113 \rangle$		$\langle c+a \rangle$
	В3	$\langle 0001 \rangle$		$\langle c \rangle$

В процессе пластической деформации структура титана претерпевает значительные изменения. Согласно монографии А.И. Гордиенко [65], при малых степенях деформации процессы пластического течения в титане локализуются главным образом вблизи границ зерен. Установлено, что начальные этапы деформации сопровождаются формированием двойников преимущественно одной ориентации. По данным Б.А. Колачева [66], на начальных этапах пластической деформации дислокационная структура титана представлена небольшим количеством одиночных винтовых дислокаций, призматических петель и дислокационных диполей. Повышение степени деформации приводит к увеличению количества двойников, дроблению зерен и их текстурированию. При деформации материала со степенью 25-30 % формируется дислокационная структура ячеистого типа. Границы ячеек представлены переплетениями дислокаций, а при более высоких степенях деформации распределение дислокаций становится облакообразным.

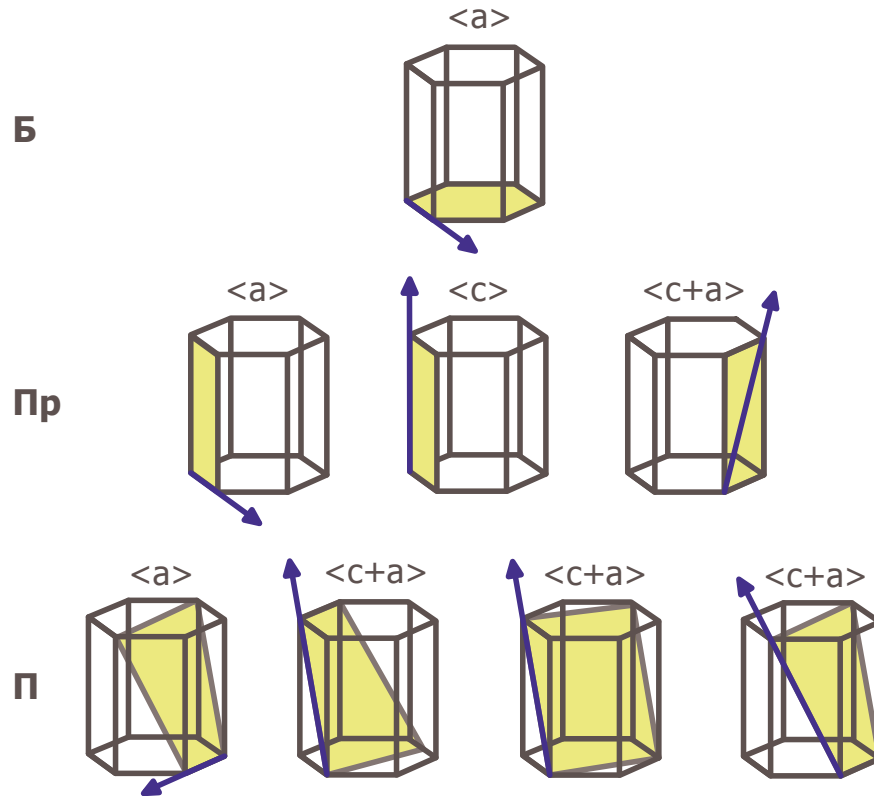


Рисунок 1.4 — Основные системы скольжения краевых дислокаций в гексагональных кристаллах

1.7.3 Изменение структуры α - и β -титана при нагреве сплавов

Нагрев, как и пластическая деформация, представляет собой мощный технологический фактор, обеспечивающий возможность значительных структурных преобразований поликристаллических материалов. Повышение температуры твердого тела приводит к изменению частоты и амплитуды колебаний фононов кристаллической решетки, а также их количества. Это, в свою очередь, инициирует процессы диффузии атомов по вакансионному или межузельному механизмам. В результате возникает возможность активации процессов пластического течения, связанных с механизмами переползания дислокаций. Переползание дислокаций осуществляется по плоскостям и направлениям, не относящимся к системам скольжения, т.е. имеющим относительно высокие энергии активации. Такие процессы как рекомбинация дислокационных диполей, полигонизация и рекристаллизация имеют место в твердых телах только благодаря проявлению процесса переползания [33].

Механизмы эволюции структуры материала при его нагреве в значительной степени зависят от структуры, сформированной на стадии предварительной деформации. В литературе (например, в монографиях Кана [1] или Хампри [19]) описаны основные закономерности, характерные для процессов рекристаллизации металлических материалов. Ниже перечислены некоторые из них:

- для появления начальных процессов рекристаллизации необходима некоторая минимальная деформация;
- более высокая степень деформации приводит к снижению температуры начала рекристаллизации;
- температура рекристаллизации снижается при увеличении продолжительности нагрева;
- конечный размер зерна в значительной степени зависит от степени деформации: высокие степени приводят к образованию более мелких размеров зерна.

Процессы, характеризующиеся более низкой энергией активации, чем рекристаллизация (рекомбинация дислокаций, полигонизация), протекание которых возможно при более низких температурах, связаны с фундаментальными параметрами кристаллической решетки. Чаще всего для характеристики этих процессов используют понятие энергии дефектов упаковки (ЭДУ), величина которой определяет степень и ширину расщепления дислокаций. Низким значениям ЭДУ соответствуют широкие значения расщепления и наоборот. Например, при значениях ЭДУ ГЦК металлов от 10 до 300 мДж/м² ширина расщепления будет изменяться в диапазоне от 100 до 1-2 b соответственно. Таблицы со значениями ЭДУ можно найти в монографиях С.С. Горелика [32], Н.И. Носковой [67], Хампри [19] и других. Так, например, согласно данным, представленным в монографии Н.И. Носковой, при базисном скольжении ГПУ $\alpha-Ti$ имеет ЭДУ ~ 260 мДж/м², тогда как для ОЦК Nb она варьируется от 290 мДж/м² для винтовых и до 540 мДж/м² для краевых компонент дислокаций.

Высокая энергия дефектов упаковки в материалах с ОЦК структурой обуславливает малую величину расщепления дислокаций. При описании такого рода сплавов чаще обсуждают сложное строение ядер дислокаций, чем ленты дефектов упаковки между частичными дислокациями. В структурах подобного типа известны схемы расщепления винтовых компонент дислокаций с образованием построений типа «звезда» и «крыша» [68]. В результате, образуются

сложные сидячие дислокационные конфигурации, которые лимитируют процесс скольжения дислокаций при их рекомбинации.

Для ГПУ материалов энергия дефектов упаковки в значительной степени зависит от отношения параметров решетки c/a . Значения ЭДУ, соответствующие α -титану, свидетельствуют о том, что большая ширина расщепления дислокаций для него не характерна. Следует отметить, что разное строение ядер винтовых и краевых дислокаций является причиной различной подвижности этих дефектов.

1.7.4 Влияние пластической деформации и нагрева на комплекс механических свойств титановых сплавов

В большинстве случаев полуфабрикаты из титана и сплавов на его основе перерабатываются в холоднодеформированном состоянии. Для формоизменения заготовок из титановых сплавов используют как стандартные методы обработки давлением (например, холодную прокатку), так и современные методы ИПД, в том числе, равноканальное угловое прессование [69]. Так, например, нелегированный титан, характеризующийся высоким уровнем прочности, биологической совместимостью и низким модулем упругости, после интенсивной пластической деформации может быть использован для изготовления биомедицинских имплантатов [70; 71].

Важнейшим достоинством методов ИПД является возможность существенного повышения комплекса механических свойств β -титановых сплавов. Так, например, перспективным биомедицинским материалом является однофазный сплав $Ti45Nb$ с объемноцентрированной кубической решеткой ($Im\bar{3}m$), характеризующийся высокой коррозионной стойкостью и, что важно, низким по сравнению с α -, $\alpha+\beta$ -титановыми сплавами модулем Юнга [72–75]. Однако, существенным его недостатком в сравнении с другими материалами является низкий уровень прочностных свойств [76]. Интенсивная пластическая деформация сплава $Ti45Nb$ позволяет существенно повысить его прочность, не снижая критически другие показатели механического поведения [77].

Высокий уровень прочностных свойств и коррозионной стойкости в широком диапазоне температур являются факторами, объясняющими применение α - и β -титановых сплавов в аэрокосмической промышленности [78; 79]. С целью обоснования наиболее рациональных условий использования материалов

этого типа необходимо рассмотреть особенности изменения их структуры при нагреве и проанализировать ее влияние на комплекс механических свойств.

Следует отметить, что, нагрев материалов, сопровождающийся изменением их структуры, во многих случаях является неизбежным условием реализации технологических процессов, используемых в машиностроении при производстве тех или иных изделий. Процессами такого рода являются сварка материалов взрывом, сварка трением с перемешиванием и др. В то же время во многих случаях нагрев используют как самостоятельный технологический процесс – термическую обработку, обеспечивающую реализацию структурных преобразований, которые приводят к формированию комплекса требуемых механических свойств материалов после их пластической деформации.

1.8 Методы исследования структурных преобразований, обусловленных пластической деформацией и нагревом материалов

При изучении структуры пластически деформированных и термически обработанных материалов эффективными являются методы световой и электронной микроскопии, дифракции отраженных электронов, а также дифракции рентгеновского излучения [19]. В некоторых работах для исследования процессов рекристаллизации использовали методы, основанные на применении ультразвука [80] и измерении потока тепла (калориметрия) [81].

При изучении материалов, подвергнутых деформации, особое внимание уделяется их дислокационной структуре. Наиболее информативным методом анализа дислокационных преобразований в титановых сплавах является просвечивающая электронная микроскопия [13; 82]. Однако данный метод исследования обладает двумя существенными недостатками.

Один из них заключается в том, что повышенная плотность дислокаций, локальные их скопления, характерные для холодной пластической деформации, не позволяют оценивать характеристики индивидуальных дефектов такого типа. Вторым недостаток обусловлен тем, что ограниченность имевшихся в распоряжении специалистов методов позволяла проводить исследование структурных изменений лишь после завершившегося процесса структурных преобразований, например, после рекристаллизации (в режиме *ex-situ*).

Современные методы исследований дают возможность изучать процессы непосредственно при нагреве материала, т.е. в режиме *in-situ*. В большинстве работ, проведенных таким образом, использовали либо метод дифракции отраженных электронов [83–85] либо его сочетание со сканирующей электронной микроскопией [86]. Несомненным преимуществом данных методов является возможность непосредственного наблюдения за структурными изменениями микроструктуры материалов, что позволяет независимо друг от друга оценивать, например, процессы выделения фаз и развития рекристаллизации [86]. Таким образом появляется возможность исследовать кинетику роста зерен, оценивать энергию мало- и высокоугловых границ, изучать изменение ориентировки зерен и текстурирование деформируемой фазы. Существенный недостаток отмеченных методов заключается в том, что при их использовании не учитываются тонкие структурные преобразования деформируемых материалов, такие как диффузия точечных дефектов, перераспределение дислокаций, образование малоугловых границ.

Альтернативные способы исследования кристаллической структуры материалов основаны на использовании методов рентгеновской дифракции. Хорошо известные методы Вильямсона – Холла и Уоррена – Авербаха позволяют, анализируя ширину рентгеновских пиков или форму их профиля, оценивать такие важные параметры структуры материалов как размер областей когерентного рассеяния (ОКР) и величину негомогенных искажений кристаллической решетки [87; 88]. Следует, тем не менее, отметить, что для изучения материалов, характеризующихся значительной анизотропией упругих свойств, применять указанные методы не рекомендуется. В оригинальной работе Вильямсона – Холла эксперименты проводились с образцами вольфрама и алюминия, упругие свойства которых были практически изотропны [87].

При изучении дислокационных преобразований целесообразно использовать математические модели, построенные на основе современных представлений о структуре материалов. Речь идет прежде всего о предложенных Унгаром модифицированных моделях Вильямсона – Холла (мВХ) и Уоррена – Авербаха (мУА), суть которых заключается в профильном анализе рентгеновских дифрактограмм [89]. Основываясь на классических моделях профильного анализа [87; 88], а также на фундаментальной теории упругих искажений кристаллической решетки [90–92], данные методы позволяют оценивать такие структурные параметры материалов как размеры кристаллитов, плотность дислокаций,

относительное распределение этих дефектов по типам (или по системам скольжения). В ряде работ было показано, что результаты, полученные на основе данных моделей, согласуются с классическими представлениями о тонком строении материалов и подтверждаются данными просвечивающей электронной микроскопии [13; 61; 69; 82; 93–95]. Ограниченность анализируемого подхода заключается в том, что он реализуем лишь для кристаллических материалов, соответствующих кубической, гексагональной и орторомбической сингониям [96].

Кроме того, существенным недостатком модифицированных методов анализа является их сложность. Особенно актуально отмеченное обстоятельство при исследовании материалов, решётка которых не относится к кубической сингонии. По этой причине в литературе опубликовано ограниченное количество работ, в которых структура деформированных металлов исследована с использованием модифицированных моделей Вильямсона – Холла и Уоррена – Авербаха.

1.8.1 Методы дифракционного профильного анализа рентгенограмм

При решении задач, связанных с профильным анализом рентгенограмм, наиболее часто применяют подход, предложенный Вильямсоном и Холлом [87]. В общем виде уравнение Вильямсона – Холла выглядит следующим образом:

$$\Delta K = \frac{0.9}{D} + 2\varepsilon \cdot K, \quad (1.5)$$

где $K = \frac{2 \sin \theta}{\lambda}$ - координата обратного пространства;

$$\Delta K = \frac{\cos \theta \cdot 2 \Delta \theta}{\lambda};$$

ε - относительное искажение элементарной ячейки;

λ - длина волны;

D - средний «видимый» размер структурных единиц поликристалла.

Необходимо отметить, что в уравнениях, связывающих форму профилей дифракционных максимумов с параметрами микроструктуры материалов, специалисты используют различные обозначения. В диссертационной работе использованы обозначения, предложенные Унгаром в его работах [97; 98] (если не указано иное).

Менее распространен метод метод Уоррена – Авербаха [88], основанный на анализе дискретного Фурье-преобразования дифракционных максимумов.

Согласно кинематической теории рентгеновской дифракции любой дифракционный максимум получается в результате свертки «размерного» и «деформационного» профилей:

$$I^P = I^S \cdot I^D,$$

где I^S - «размерный» профиль;

I^D - «деформационный» профиль.

Уоррен и Авербах предположили, что в коэффициентах «реальной» части разложения Фурье $A(L)$ рентгеновского профиля также можно выделить «размерную» $A^S(L)$ и «деформационную» часть $A^D(L)$. В результате уравнение Уоррена – Авербаха может быть представлено в виде:

$$\ln A(L) = \ln A^S(L) - 2\pi^2 g^2 L^2 \langle \varepsilon_K^2 \rangle, \quad (1.6)$$

где g - вектор дифракции ($g = K$ в Брэгговских положениях);

L - длина Фурье преобразования (расстояние между двумя точками решетки в идеальном кристалле, которые находятся на нормали к плоскостям (hkl)), определяемая как $L = na_3$ (где $n \in Z$);

$a_3 = \frac{\lambda}{2(\sin(\theta_2) - \sin(\theta_1))}$ - единица длины Фурье в направлении вектора дифракции g ;

$(\theta_2 - \theta_1)$ - угловой диапазон дифракционного профиля;

$\langle \varepsilon_K^2 \rangle$ - среднеквадратичная деформация.

Как было указано выше, классические методы расчетов не позволяют учесть анизотропию упругих свойств кристаллической решетки, что приводит к большому разбросу значений. Существует несколько подходов, дающих возможность снизить ошибку при определении структурных параметров.

В основе первого метода, предложенного Холлом [99], лежит предположение об изотропном распределении напряжений. Между собой напряжение и деформация связаны законом Гука: $\varepsilon = \sigma/E_{hkl}$. Поэтому при анализе профиля дифракции представляется возможным использовать коррекцию на модуль Юнга. Следовательно, уравнение Вильямсона – Холла записывается в виде:

$$\Delta K = \frac{0.9}{D} + \frac{\sigma}{E_{hkl}} \cdot K, \quad (1.7)$$

где σ - изотропное упругое напряжение, которое предполагается независимым от направления (согласно [99] это «ширина Лауэ функции распределения напряжений»),

E_{hkl} - модуль Юнга вдоль направления, нормального к плоскости (hkl).

Как было показано в работе [100], первый подход не позволяет в достаточной степени учесть анизотропию механических свойств материалов. Поэтому более предпочтительно использовать модифицированные методы, основанные на дислокационной теории упругих искажений кристаллической решетки.

Известно, что напряжения кристаллической решетки обусловлены присутствием структурных дефектов различного рода. Наиболее распространёнными дефектами кристаллического строения являются точечные дефекты, дислокации, дефекты упаковки, плоскости двойникования, а также границы зерен и субзерен [97]. М.А. Кривоглаз в работе [90] обосновал корреляцию между формой дифракционного пика и дефектами кристаллической решетки, в особенности дислокациями. В рамках этой модели среднеквадратичная деформация $\langle \varepsilon_{g,L}^2 \rangle$ в уравнении (1.6) может быть выражена как:

$$\langle \varepsilon_{g,L}^2 \rangle = \frac{\rho C_{hkl} b^2}{4\pi} \ln\left(\frac{D}{L}\right),$$

где D - размер областей когерентного рассеяния (ОКР);

b - абсолютное значение вектора Бюргерса;

ρ - средняя плотность дислокаций;

C_{hkl} - дислокационный контрастный фактор.

Основываясь на дислокационной теории, Унгар [89] модифицировал методы Вильямсона - Холла и Уоррена - Авербаха. Согласно модифицированному уравнению Вильямсона - Холла (мВХ), полная ширина дифракционного максимума на полувысоте ($FWHM$) представляется следующим образом:

$$\Delta K = \frac{0.9}{D} + \left(\frac{\pi A b^2}{2}\right)^{\frac{1}{2}} \cdot \rho^{\frac{1}{2}} \cdot K C^{\frac{1}{2}} + O \cdot (K C^{\frac{1}{2}})^2, \quad (1.8)$$

где A - параметр, определяемый радиусом действия дислокаций;

b - абсолютное значение вектора Бюргерса;

ρ - средняя плотность дислокаций;

C - дислокационный контрастный фактор;

O - член высшего порядка, получаемый из разложения в ряд.

Модифицированное уравнение Уоррена - Авербаха (мУА), согласно Унгару, будет выглядеть следующим образом:

$$\ln A(L) = \ln A^S(L) - \frac{\pi \rho}{2} \cdot L^2 \ln\left(\frac{R_e}{L}\right) (g^2 C b^2) + O \cdot (g^2 C b^2)^2, \quad (1.9)$$

где R_e - радиус действия дислокаций.

Профильный анализ дифрактограмм методами мВХ и мУА предполагает необходимость определения каким-либо образом значения контрастного фактора C для вектора дифракции g . При этом необходимо сделать важное допущение о том, что исследуемый материал не обладает кристаллографической текстурой, т.е. любое кристаллографическое направление в нем является равновероятным. Такой подход позволяет ввести понятие среднего контрастного фактора \overline{C} , зависящего от индексов кристаллографического направления $[hkl]$. Таким образом, на использование методов мВХ и мУА накладывается дополнительное ограничение - исследуемый материал не должен обладать существенной кристаллографической текстурой. Однако, из-за того, что учет кристаллографической текстуры представляет собой сложную задачу (см., например, [101]), авторы научных исследований данный фактор зачастую не принимают во внимание. Несмотря на это, результаты, полученные методами мВХ и мУА, даже при исследовании текстурированных материалов коррелируют с данными электронной микроскопии [93; 102].

Используя средний контрастный фактор \overline{C} , представляется возможным определение функциональной зависимости \overline{C} от индексов кристаллографического направления $[hkl]$. В случае кубических материалов такая зависимость будет иметь вид:

$$\overline{C}_{hkl} = \overline{C}_{h00}(1 - qH^2), \quad (1.10)$$

где \overline{C}_{h00} - средний контрастный фактор в направлении $[h00]$;

q - параметр, зависящий от упругих свойств материала;

$$H^2 = (h^2k^2 + h^2l^2 + k^2l^2)/(h^2 + k^2 + l^2)^2.$$

В случае гексагональных материалов выражение среднего контрастного фактора относительно индексов дифракционного отражения $(hk.l)$ имеет вид:

$$\overline{C}_{hk.l} = \overline{C}_{hk.0}(1 + q_1x + q_2x^2), \quad (1.11)$$

где $x = \left(\frac{2}{3}\right) \left(\frac{l}{ga}\right)^2$;

$\overline{C}_{hk.0}$ - средний контрастный фактор в направлении $[hk.0]$;

q_1 и q_2 - параметры, зависящие от упругих свойств материала;

a - параметр решетки.

Более подробно вывод выражений (1.10) и (1.11) описан в работах [61; 98].

Комбинируя уравнения (1.8) и (1.10), модифицированный метод Вильямсона - Холла для кубических кристаллов можно записать в квадратичной форме:

$$\frac{\Delta K^2 - \alpha}{K^2} \simeq \beta \overline{C_{h00}}(1 + qH^2), \quad (1.12)$$

где $\alpha = (0.9/D)^2$;

$\beta = \pi A^2 b^2 \rho / 2$.

Уравнение мУА в таком случае приобретает вид:

$$\ln A(L) = \ln A^S(L) - \frac{\pi \rho}{2} \cdot L^2 \ln\left(\frac{R_e}{L}\right) (\overline{g^2 C_{hkl} b^2}) + O \cdot (\overline{g^2 C_{hkl} b^2})^2, \quad (1.13)$$

где R_e - радиус действия дислокаций.

В свою очередь, комбинируя уравнения (1.8) и (1.11), можно таким же образом записать мВХ для гексагональных кристаллов:

$$\frac{\Delta K^2 - \alpha}{K^2} \simeq \beta \overline{C_{hk.0}}(1 + q_1 x + q_2 x^2). \quad (1.14)$$

Аналогично для мУА:

$$\ln A(L) = \ln A^S(L) - \frac{\pi \rho}{2} \cdot L^2 \ln\left(\frac{R_e}{L}\right) (\overline{g^2 C_{hk.l} b^2}) + O \cdot (\overline{g^2 C_{hk.l} b^2})^2. \quad (1.15)$$

Дальнейшие расчеты требуют количественного определения значений некоторых параметров, основанных на упругих свойствах анализируемых фаз.

В случае кубической симметрии этими параметрами являются $\overline{C_{h00}}$ и q , которые находятся исходя из значений коэффициентов тензора упругости c_{11} , c_{12} и c_{44} . Пользуясь функциональной зависимостью для сплавов с решетками типа ГЦК и ОЦК, описанной в работе [103], можно рассчитать коэффициенты $\overline{C_{h00}}$ и q для любых кубических материалов (при наличии значений тензора упругости).

При описании гексагональных материалов необходимо путем проведения анализа активности дислокаций в основных системах скольжения рассчитать значения параметров $\overline{C_{hk.0}}$, q_1 и q_2 . Для того чтобы определить относительную активность трех основных типов систем скольжения необходимо найти параметры $q_1^{(eff)}$ и $q_2^{(eff)}$ для каждой возможной комбинации систем скольжения и сравнить их с экспериментальными значениями $q_1^{(m)}$ и $q_2^{(m)}$, найденными из

уравнения (1.14). Серии возможных значений $q_1^{(eff)}$ и $q_2^{(eff)}$ находятся согласно уравнениям:

$$q_1^{(eff)} = \frac{h_a b_a^2 \sum_{j=1}^{N_A^a} \bar{C}_{hk.0}^{(j)} q_1^{(j)} + h_c b_c^2 \sum_{j=1}^{N_A^c} \bar{C}_{hk.0}^{(j)} q_1^{(j)} + h_{c+a} b_{c+a}^2 \sum_{j=1}^{N_A^{c+a}} \bar{C}_{hk.0}^{(j)} q_1^{(j)}}{h_a b_a^2 \sum_{j=1}^{N_A^a} \bar{C}_{hk.0}^{(j)} + h_c b_c^2 \sum_{j=1}^{N_A^c} \bar{C}_{hk.0}^{(j)} + h_{c+a} b_{c+a}^2 \sum_{j=1}^{N_A^{c+a}} \bar{C}_{hk.0}^{(j)}}, \quad (1.16)$$

$$q_2^{(eff)} = \frac{h_a b_a^2 \sum_{j=1}^{N_A^a} \bar{C}_{hk.0}^{(j)} q_2^{(j)} + h_c b_c^2 \sum_{j=1}^{N_A^c} \bar{C}_{hk.0}^{(j)} q_2^{(j)} + h_{c+a} b_{c+a}^2 \sum_{j=1}^{N_A^{c+a}} \bar{C}_{hk.0}^{(j)} q_2^{(j)}}{h_a b_a^2 \sum_{j=1}^{N_A^a} \bar{C}_{hk.0}^{(j)} + h_c b_c^2 \sum_{j=1}^{N_A^c} \bar{C}_{hk.0}^{(j)} + h_{c+a} b_{c+a}^2 \sum_{j=1}^{N_A^{c+a}} \bar{C}_{hk.0}^{(j)}}. \quad (1.17)$$

Полученные расчетным путем значения $q_1^{(eff)}$ и $q_2^{(eff)}$ сравниваются с экспериментальными $q_1^{(m)}$ и $q_2^{(m)}$ с использованием доверительного условия. Более подробно данная процедура описана в одной из работ Унгара с соавторами [104].

Таким образом, приемлемые значения $q_1^{(eff)}$ и $q_2^{(eff)}$ и средние значения относительных долей трех типов дислокаций $\langle h_a \rangle$, $\langle h_c \rangle$ и $\langle h_a \rangle$ используются для дальнейшего расчета значений $\overline{C_{hk.l} b^2}$ согласно уравнению:

$$\begin{aligned} \overline{C b^2} = & h_a b_a^2 \frac{1}{N_A^a} \sum_{j=1}^{N_A^a} \bar{C}_{hk.0}^{(j)} [1 + q_1^{(eff)} x + q_2^{(eff)} x^2] + \\ & h_c b_c^2 \frac{1}{N_A^c} \sum_{j=1}^{N_A^c} \bar{C}_{hk.0}^{(j)} [1 + q_1^{(eff)} x + q_2^{(eff)} x^2] + \\ & h_{c+a} b_{c+a}^2 \frac{1}{N_A^{c+a}} \sum_{j=1}^{N_A^{c+a}} \bar{C}_{hk.0}^{(j)} [1 + q_1^{(eff)} x + q_2^{(eff)} x^2]. \end{aligned} \quad (1.18)$$

Значения $\overline{C_{hk.l} b^2}$ для каждого вектора g усредняются, полученные при этом данные используются при дальнейших расчетах.

Аппроксимация уравнений мУА (1.13) и (1.15) параболой вида $y = S + Y \cdot x + O \cdot x^2$ (где $y = \ln A(L)$, $x = \overline{K^2 b^2}$) позволяет получить два коэффициента, необходимых для дальнейших расчетов. Свободный коэффициент S соответствует размерному вкладу, а коэффициент Y - вкладу за счет искажений кристаллической решетки.

В работе Лэнгфорда [105] было показано, что для частиц сферической формы среднеквадратичный размер кристаллитов прямо пропорционален параметру L_0 , т.е. значению L при $A(L) = 0$:

$$\langle x_{area} \rangle = \frac{3}{2} \cdot L_0. \quad (1.19)$$

Для нахождения средних размеров кристаллитов необходимо провести аппроксимацию начальных значений размерных коэффициентов Фурье линейной функцией. В свою очередь, значения коэффициента Y необходимо использовать при дальнейшем расчете в виде функциональной зависимости:

$$\frac{Y}{L^2} = \rho \frac{\pi}{2} \ln R_e - \rho \frac{\pi}{2} \ln L. \quad (1.20)$$

Линеаризация данной зависимости позволяет получить значения плотности дислокаций ρ и размера области упругих искажений R_e , обусловленных присутствием дислокаций в фазе сплава.

1.8.2 Недостатки модифицированных методов профильного анализа рентгенограмм

Таким образом, с использованием методов мВХ и мУА можно определить размеры кристаллитов, плотность дислокаций, относительное распределение дислокаций по типам (или по системам скольжения) и особенности их взаимного расположения. Недостатки, препятствующие реализации этих методов, связаны с отсутствием значений фундаментальных физических постоянных для ряда материалов.

В случае кубических кристаллов функциональная аппроксимация параметров \bar{C}_{hkl} и q , приведенная в работе [106], позволяет проводить точные расчеты распределения дислокаций по типам в нелегированных материалах (например, в меди, железе, никеле). Однако для более сложных материалов (металлических сплавов) точное определение параметров \bar{C}_{hkl} и q может быть затруднено по двум причинам.

Во-первых, отсутствие в литературных источниках точных значений упругих констант c_{11} , c_{12} и c_{44} для различных сплавов может приводить к тому, что найденные экспериментально параметры q будут выходить за пределы минимально и максимально допустимых значений. Авторы работы [102], столкнувшись с подобной проблемой при исследовании дислокационной структуры

гидрида циркония, связали ее с анизотропией механических свойств материала. Согласно *ab-initio* расчетам параметр анизотропии A_i гидрида циркония может изменяться в диапазоне от 2 до 7. В то же время для точного определения параметра q необходима информация о величине A_i в пределах $\pm 1-2$ единиц.

Во-вторых, оценка структурных изменений во время процесса рекристаллизации требует введения в физические константы определенных корректировок. Одной из них является поправка на изменение констант c_{11} , c_{12} и c_{44} в зависимости от повышения температуры. Однако описанные в литературе модели (например, модель, представленная в работе Лэдбеттера [107]) содержат в себе аппроксимирующиеся константы, что затрудняет их использование.

При исследовании гексагональных материалов появляется необходимость проведения анализа распределения дислокаций по основным системам скольжения. Это приводит к необходимости использования постоянных $\bar{C}_{hk,0}$, q_1 и q_2 для основных одиннадцати, характерных для ГПУ кристаллов систем скольжения. Значения этих параметров для гексагональных одноэлементных поликристаллических материалов можно найти в работе [61]. Отсутствие данных, соответствующих более сложным материалам или невозможность их расчета различными методами моделирования (например, методом молекулярной динамики, *ab-initio* расчетами) делает невозможным проведение структурного анализа методами мВХ и мУА.

Выводы по главе 1

1. Титановые сплавы являются конструкционными материалами, обладающими комплексом высоких механических свойств. Исследование структурных преобразований этих материалов в условиях пластической деформации и нагрева представляет собой актуальную задачу, имеющую фундаментальное и прикладное значение.

2. Наличие нескольких полиморфных модификаций, а также сложный характер дислокационных преобразований, происходящих при реализации пластической деформации или нагрева, являются факторами, объясняющими сложность изучения структуры титановых сплавов, формируемой в процессе их обработки.

3. Проблемой, характерной для сплавов на основе титана, являются низкая износостойкость и склонность к схватыванию в условиях сухого трения скольжения.

4. Методы исследования материалов, основанные на дифракции синхротронного излучения, обладают рядом важных достоинств по сравнению с иными методами структурного анализа. Особый интерес представляют *in-situ* исследования дислокационных преобразований материалов в процессах деформационного и термического воздействий.

5. Несмотря на очевидные преимущества модифицированных методов профильного анализа дифрактограмм, они обладают рядом недостатков, в значительной степени ограничивающих их применение. Сложная математическая и физическая основа данных методов требует разработки специального программного обеспечения, направленного на решение задач по их использованию.

Глава 2 ПРОЦЕССЫ ОБРАБОТКИ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Для исследования структурных преобразований использовалось несколько видов материалов и методов их обработки. В частности, исследовалась структура следующих титановых сплавов:

- сплав ВТ1-0 после холодной прокатки и высокоскоростного соударения,
- сплав $Ti_{13}Nb_{13}Zr$ после реализации пластической деформации методом кручения под высоким давлением;
- сплавов ВТ1-0 и $Ti_{45}Nb$ в процессе их индукционного нагрева;
- сплав $Ti_{3}Fe$ в процессе сухого трения скольжения.

В данной главе подробно описаны методы получения образцов, а также методы исследования их структуры и свойств. В частности, представлены принципиальные схемы получения дифракционных картин с использованием станций $P07$ немецкого электронного синхротрона $DESY$ (г. Гамбург, Германия) и $ID13$ европейского источника синхротронного излучения $ESRF$ (г. Гренобль, Франция). Кроме того, в главе представлена информация об использованных в работе методах численного моделирования.

2.1 Материалы исследования

2.1.1 Холодная прокатка заготовок со структурой α -титана

При проведении экспериментов, связанных с холодной прокаткой α -титана, в качестве заготовок использовали бруски сплава ВТ1-0 размерами $200 \times 20 \times 10$ мм. Перед деформацией материал отжигали в вакуумной печи в течение 1 часа при температуре 900 °С. Прокатку осуществляли в холодном состоянии за несколько проходов на лабораторном прокатном стане типа «Кварто» с диаметром рабочих валков 28 мм. Степень обжатия заготовок за один проход составляла ~ 2 %. Для проведения исследований была подготовлена серия образцов, прокатанных с различной степенью деформации (таблица 2.1).

Таблица 2.1 — Степень обжатия и соответствующая эффективная пластическая деформация образцов из сплава ВТ1-0 (холодная прокатка)

Степень обжатия ¹ , %	Эффективная степень пластической деформации ² , %
6,4 ± 0,1	5,2 ± 0,1
14,0 ± 0,2	11,4 ± 0,2
21,4 ± 0,2	17,5 ± 0,2
30,9 ± 0,2	25,2 ± 0,2
38,1 ± 0,3	31,1 ± 0,2
47,9 ± 0,2	39,1 ± 0,2
56,0 ± 0,1	45,7 ± 0,1
62,7 ± 0,3	51,2 ± 0,2
69,6 ± 0,3	56,8 ± 0,2

¹ доверительный интервал рассчитывался с надежностью $\alpha = 0,9$;

² с целью сравнения данных, полученных различными методами деформации и математического моделирования, в работе использовали понятие «эффективной степени пластической деформации», определяемой как интеграл пошаговых приращений пластической деформации за период времени деформации [108].

2.1.2 Кручение под высоким давлением заготовки со структурой α' -титана

Одна из задач, поставленных в диссертационной работе, была связана с исследованием структуры титановых сплавов, подвергнутых интенсивной пластической деформации (ИПД). В качестве технологического процесса для реализации ИПД использовали метод кручения под высоким давлением (КВД). Заготовкой являлся диск диаметром 10 мм и толщиной 1 мм, изготовленный из титанового сплава $Ti_{13}Nb_{13}Zr$ (производство компании *ERCATA GmbH*, Германия). Перед деформацией образец нагревали в вакуумной печи при температуре 750 °С в течение 1 часа и охлаждали в воде. КВД заготовки из титанового сплава осуществляли на кафедре материаловедения университета г. Сан-Карлос (Бразилия). Схема проведения эксперимента представлена на рисунке 2.1. Давление в ходе эксперимента составляло 4,5 ГПа, верхняя наковальня вращалась на три полных оборота со скоростью 3 мин⁻¹.

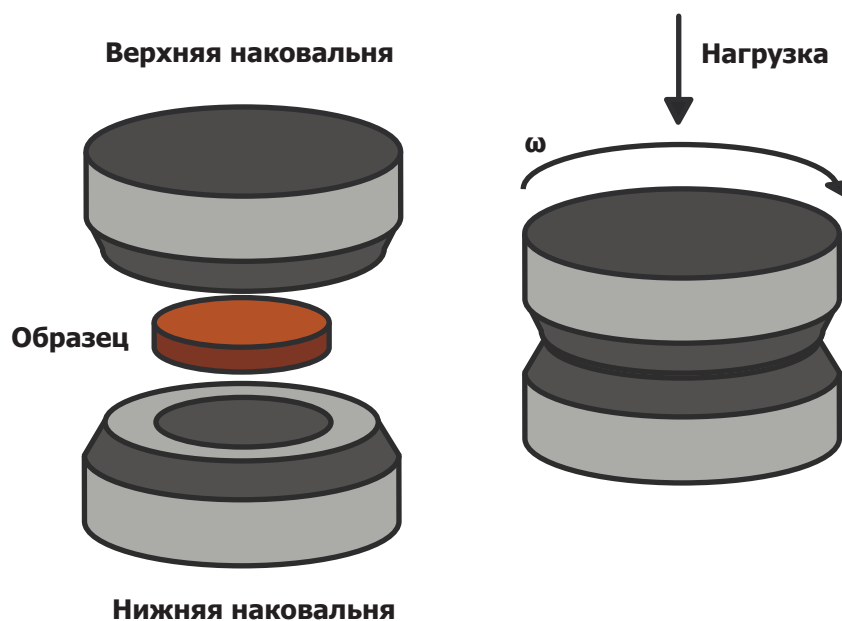


Рисунок 2.1 — Схема проведения эксперимента по холодной пластической деформации заготовки из титанового сплава методом кручения под высоким давлением

2.1.3 Высокоскоростная пластическая деформация α -титана

Для проведения эксперимента по высокоскоростному соударению с использованием метода Тейлора использовали стержень диаметром 10 мм и длиной 80 мм, изготовленный из титана марки *Grade 2* (компания *Niraco*, Япония). В России аналогом данной марки является технически чистый титан ВТ1-0. Перед проведением испытания заготовку отжигали при 620 °С в течение 1 часа. В качестве мишени использовали пластину толщиной 10 мм, изготовленную из стали *SS400* (российский аналог - сталь Ст4пс). Эксперимент по высокоскоростной пластической деформации проведен с использованием пороховой пушки в Институте импульсной энергетики университета Кумамото (Япония). Диаметр ствола пушки составлял 40 мм, что в четыре раза больше диаметра титанового стержня. С целью позиционирования титанового стержня в стволе пороховой пушки его фиксировали в полиэтиленовом держателе. Эксперимент был проведен в вакууме при давлении $2,7 \cdot 10^3$ Па. Для метания стержня использовали 5,7 г пороха. Скорость полета определялась с использованием высокоскоростной камеры *HPV-1 Shimadzu* (10^6 FPS). На рисунке 2.2 в качестве примера приведены снимки, полученные при проведении экспериментов. Экспериментально зафиксированная скорость стержня составила 234 м/с.

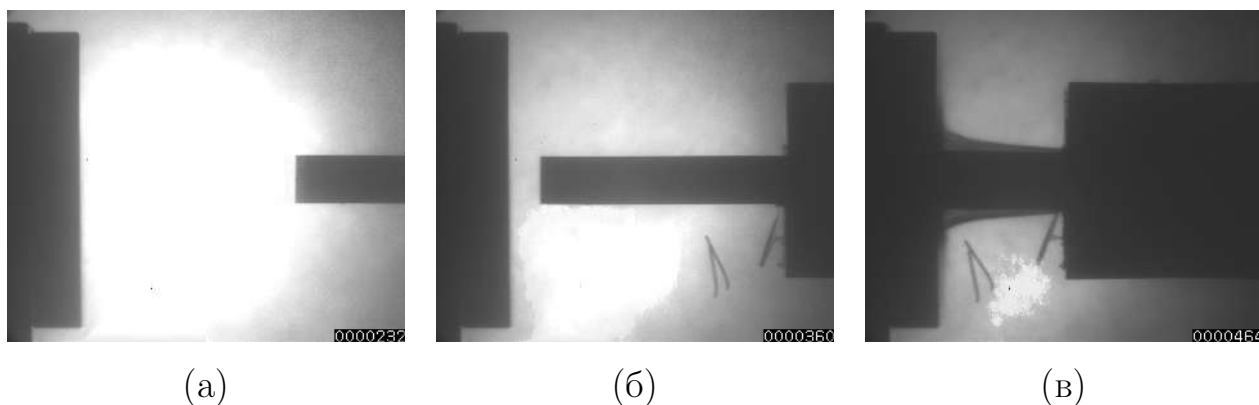


Рисунок 2.2 — Кадры записи процесса высокоскоростного соударения титанового стержня со стальной преградой в моменты времени: 232 мкс (а), 360 мкс (б), 464 мкс (в)

2.1.4 Индукционный нагрев α - и β -титановых сплавов

Для исследования структурных преобразований, происходящих в процессе индукционного нагрева деформированных заготовок, использовали заготовки со структурой однофазного α - и β -титана. В качестве типичного α -сплава был выбран технически чистый титан марки ВТ1-0, подвергнутый холодной прокатке со степенью обжатия $69,6 \pm 0,4 \%$ ($\alpha = 0,9$). В качестве β -сплава использовали легированный ниобием сплав $Ti45Nb$. Материал этого состава был получен методом аргонодугового переплава в плавильной печи *Büehler ArcMelter AM*. Образец был синтезирован из технически чистых сплавов титана (ВТ1-0) и ниобия (Нб-1). Подробное описание особенностей процесса получения слитков представлено в работах [109–111]. С целью обеспечения однородности структуры материала осуществляли его десятикратный переплав в атмосфере аргона высокой чистоты. Образец переворачивали после каждого второго переплава. Вес слитка составил 25 г. Полученный таким образом слиток $Ti45Nb$ подвергали последующей многократной пластической деформации на лабораторном прокатном стане. За один проход заготовку обжимали на $\sim 8 \%$. Суммарная степень обжатия заготовки составила $80,1 \pm 2,5\%$ ($\alpha = 0,9$). Деформированные образцы подвергали индукционному нагреву, а происходящие при этом изменения фиксировали в режиме *in-situ* с использованием дифракции синхротронного излучения. Параметры термических режимов и особенности съёмки дифракционных картин подробно описаны в разделе 2.2.1 диссертационной работы.

2.1.5 Испытание $\alpha+\beta$ -титанового сплава по схеме сухого трения скольжения

Один из жестких способов воздействия на материалы, используемые в машиностроении, связан с трением тел в отсутствии смазки. Результатом этого процесса являются интенсивные структурные преобразования поверхностных слоев взаимодействующих материалов, сопровождающиеся их ускоренным износом. Проблемы, связанные с поведением в условиях трения скольжения, характерны для сплавов на основе титана. Хорошо известно, что материалы этого типа склонны к схватыванию и интенсивному изнашиванию [112; 113]. Задача, поставленная в диссертационной работе, заключалась в изучении процесса сухого трения скольжения в режиме *in-situ*.

В качестве материала для проведения триботехнического эксперимента использовали сплав $Ti3Fe$. Слиток этого сплава был получен методом аргонодугового переплава технически чистых титана и железа в плавильной печи *Bühler ArcMelter AM*. Полученный материал относится к псевдо- α -сплавам титана (имеет в своем составе β -фазу в количестве до $\sim 5\%$). Из полученного слитка на электроискровом станке *Sodick AD 325 L* вырезали образец цилиндрической формы диаметром 10 мм и высотой 20 мм. На одном из торцов цилиндра высверливали отверстие диаметром 6 мм и глубиной около 2 мм. Данное отверстие ограничивало область трения полосой шириной 2 мм. Индентор был изготовлен из твердого сплава ВК8. На рисунке 2.3 представлены схемы образца и индентора, использованных при проведении триботехнического эксперимента.

Испытание заготовки из титанового сплава было проведено с использованием установки, разработанной на кафедре материаловедения в машиностроении НГТУ (рисунок 2.4). Ее конструкция позволяет анализировать любые пары материалов с возможностью одновременного определения коэффициента трения и контроля структуры поверхностных слоев образцов методом дифракции синхротронного излучения.

В таблице 2.2 представлены режимы процесса трения, реализованные в процессе дифракционного эксперимента. Схема проведения исследования с использованием синхротронного излучения и условия съёмки дифракционных картин с поверхности трения представлены в разделе 2.2.1 диссертационной работы.

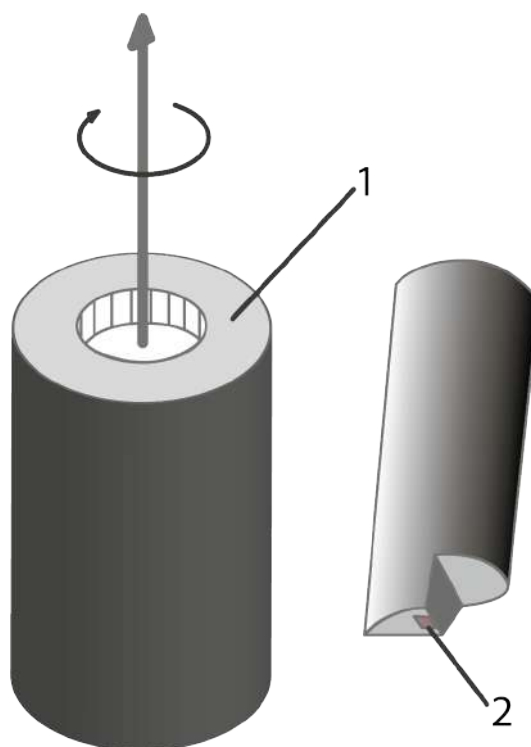


Рисунок 2.3 — Схематичное изображение образца и индентора. 1 - область трения; 2 - зона контакта (на инденторе)

Таблица 2.2 — Основные параметры фрикционного эксперимента

Частота вращения, об/мин	10
Средняя линейная скорость, мм/с	0,47
Площадь контакта, мм ²	3
Нагрузка, кг	17,35
Давление, МПа	86,75

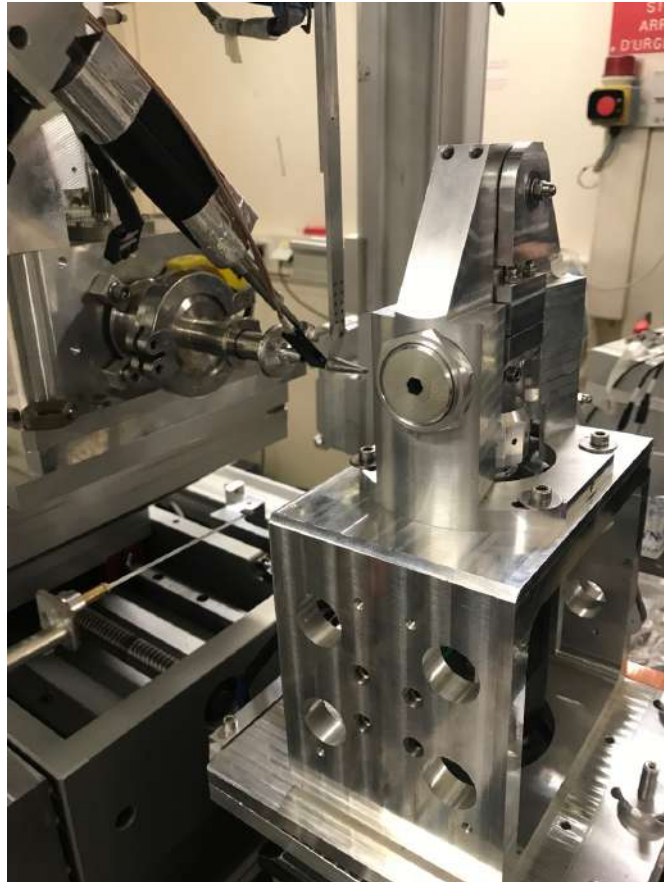


Рисунок 2.4 — Установка, использованная для проведения эксперимента по исследованию эволюции структуры поверхностных слоев материала в процессе сухого трения скольжения. Снимок сделан на линии *ID13* источника синхротронного излучения *ESRF*

2.1.6 Термическая обработка материалов

Термическую обработку сплавов ВТ1-0 и $Ti45Nb$ выполняли в печи *SNOL* 7,2/1100. Температурные режимы соответствовали экспериментам по индукционному нагреву, проведенным на линии *P07* синхротрона *DESY* (эксперименты описаны в разделе 2.2.1 диссертационной работы). Контроль температуры осуществляли с использованием термопары *K*-типа, подключенной к аналого-цифровому преобразователю *MAX6675* (ошибка определения температуры $\pm 8^\circ$) и микроконтроллеру *Raspberry 3B+*. Термопару размещали непосредственно под нагреваемой заготовкой.

2.2 Методы исследования материалов

2.2.1 Дифракция синхротронного излучения

Все исследования, связанные с дифракцией синхротронного излучения, за исключением триботехнических экспериментов, были проведены на линии *P07* «Материаловедение высоких энергий» немецкого электронного синхротрона *DESY* (г. Гамбург, Германия). Дифракционный анализ материалов проводили в просвечивающем режиме. Длина используемого излучения составляла 0,014 нм. Размеры пучка варьировались в зависимости от типа решаемых задач от 0,2 мм \times 0,2 мм до 1 мм \times 1 мм. Для регистрации дифрагированного излучения использовался двумерный 16 дюймовый сцинтилляционный детектор *PerkinElmer XRD 1621* с разрешением 2048 \times 2048 пикселей. Общая площадь детектора составляла 409,6 мм \times 409,6 мм. Расстояние от исследуемого материала до детектора было равно 1,8 м, время экспозиции составляло 4 с.

Нагрев материалов во время дифракционных экспериментов осуществляли индукционным методом в атмосфере аргона с использованием модифицированного дилатометра *Bähr DIL 805 A/D*. Термическую обработку β -титана выполняли по режиму: максимальная температура 900 $^\circ\text{C}$, скорость нагрева 20 $^\circ\text{C}/\text{мин}$, время выдержки 2 минуты, скорость охлаждения 200 $^\circ\text{C}/\text{мин}$. При обработке α -титана максимальная температура составляла 1000 $^\circ\text{C}$, скорость нагрева - 20 $^\circ\text{C}/\text{мин}$, время выдержки - 2 минуты, скорость охлаждения - 200 $^\circ\text{C}/\text{мин}$. Температурные изменения регистрировали термопарой *S*-типа, которую крепили непосредственно к поверхности образца методом точечной контактной сварки.

Подходы, основанные на дифракции синхротронного излучения, использовали также для сканирования образцов, полученных методами кручения под высоким давлением (КВД) и высокоскоростного соударения. Подвергнутый КВД диск толщиной $h \sim 0,5$ мм сканировали вдоль диаметра ($D = 10$ мм). В результате было получено 50 дифракционных картин с шагом 0,2 мм.

Для сканирования и выявления структуры титанового стержня после высокоскоростного соударения с преградой из его центральной зоны вырезали пластину толщиной $h = 2,6$ мм. Длина полученного среза L составляла 56 мм, а минимальная ширина $H = 13$ мм. Осевая симметрия исследуемой пластины являлась фактором, позволяющим проводить сканирование только на половине ее площади. Общее число элементов сетки при сканировании пластины равнялось 1034 (94×11). Шаг сканирования составлял 0,6 мм.

На рисунке 2.5 приведены схемы сканирования диска подвергнутого КВД, а также среза стержня после высокоскоростного соударения с преградой.

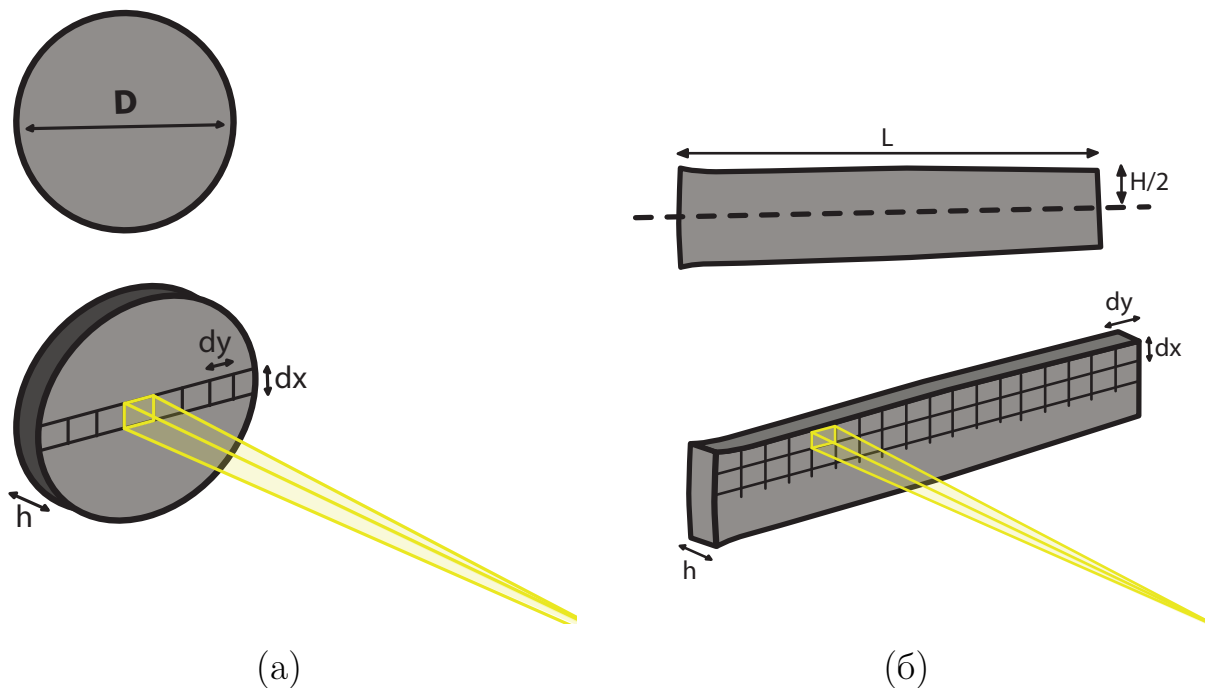


Рисунок 2.5 — Схемы дифракционного картирования диска титанового сплава после КВД (а) и среза титанового стержня после высокоскоростного соударения со стальной преградой (б)

Триботехнические испытания были проведены на установке, описанной в разделе 2.1.5, с одновременным контролем структуры заготовок из титанового сплава $Ti3Fe$ методом дифракции синхротронного излучения в режиме *in-situ* на линии $ID13$ источника $ESRF$ (г. Гренобль, Франция). Принципиальная

схема проведения испытаний представлена на рисунке 2.6. Сфокусированный синхротронный луч падает на трущуюся поверхность образца на небольшом расстоянии от индентора. Таким образом, дифракционному анализу подвергается материал, только что покинувший зону трения. Такая схема испытаний позволяет фиксировать структурные изменения, происходящие в заданной области анализируемого образца в процессе каждого цикла фрикционного воздействия. Параметры дифракционного эксперимента представлены в таблице 2.3. Использование описанного выше подхода позволило проводить структурные исследования поверхностных слоев материала на глубине до 2 мкм.

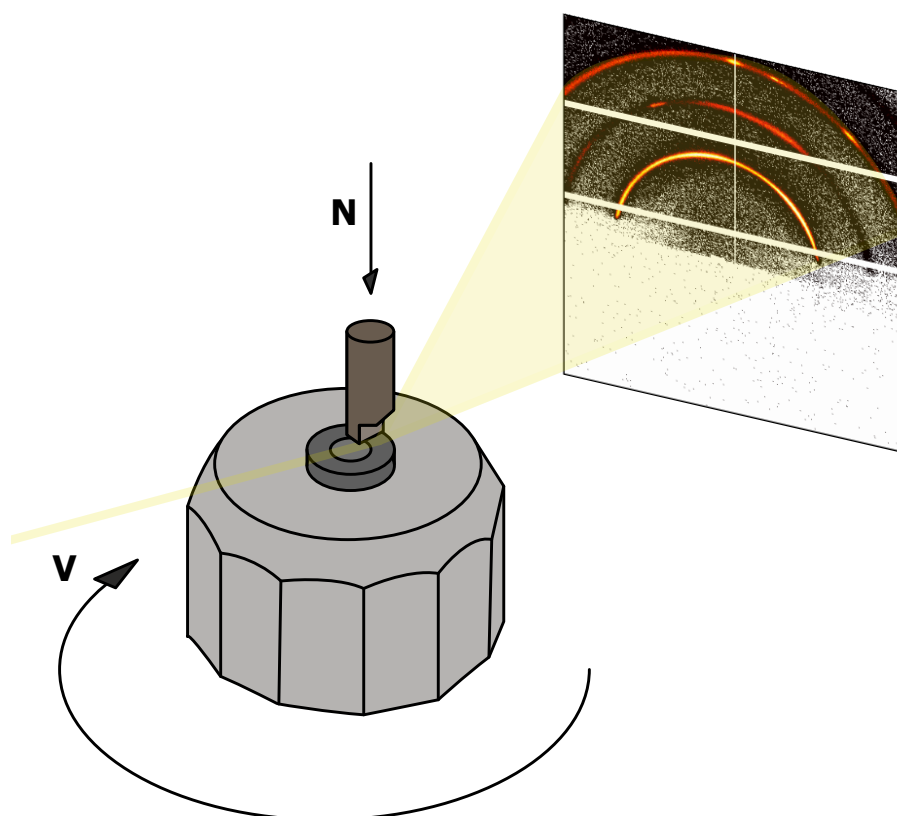


Рисунок 2.6 — Схема реализации эксперимента по изучению структуры титанового сплава методом дифракции синхротронного излучения в режиме *in-situ*

2.2.2 Световая микроскопия

Образцы для металлографических исследований были изготовлены по стандартной методике, включающей операции шлифования и полирования. Заготовки для приготовления шлифов вырезали на отрезном станке *Struers Discotom-65* и запрессовывали в полимерную смолу на установке *Buehler*

Таблица 2.3 — Условия реализации эксперимента по изучению структуры образцов в процессе трения скольжения

Длина волны, нм	0,892
Угол падения дифракционного луча на поверхность трения, градус	3
Размер проекции луча на поверхности трения, мкм	2 × 30
Модель детектора	<i>EIGER 4M</i>
Размер детектора, px / мм	2070 × 2167 / 155,2 × 162,5
Расстояние «образец - детектор», мм	95

Simplimet 1000. Полученные образцы шлифовали и полировали на автоматическом станке *Buehler EcoMet* 250 с постепенным повышением дисперсности абразивных частиц (до 3 мкм). Финишное полирование выполняли с применением суспензии (20 мл коллоидного оксида кремния, 5 мл 40 % H_2O_2 и 2,5 мл раствора Кролла (92 % H_2O , 6 % HNO_3 и 2 % HF)).

Травление шлифов осуществляли раствором Кролла в течение 15 - 60 секунд. Анализ структуры проводили на металлографическом микроскопе *Carl Zeiss Axio Observer Z1m* при увеличениях в диапазоне 25-1500 крат.

2.2.3 Сканирующая электронная микроскопия и микрорентгеноспектральный анализ

Исследования структуры титановых сплавов методами сканирующей электронной микроскопии и микрорентгеноспектрального анализа проводили на микроскопе *Carl Zeiss EVO50 XVP*. Элементный состав материалов оценивали с применением энергодисперсионного детектора *INCA X-ACT (Oxford Instruments)*.

2.2.4 Исследование механических свойств

Микротвердость материалов оценивали в соответствии с ГОСТ 9450-76 на полуавтоматическом микротвердомере *Wolpert Group 402MVD*. Индентором являлась четырехгранная алмазная пирамида с квадратным основанием. Нагрузка на индентор составляла 0,98 Н, время нагружения – 10 с. ДюрOMETрические испытания проводили на шлифах в нетравленном состоянии.

Оценку прочностных свойств материалов выполняли в условиях одноосного статического растяжения на универсальной электромеханической установке *Instron 3369*. В ходе испытаний регистрировали кривые растяжения, на основании которых рассчитывали предел прочности материалов (σ_B).

2.3 Математическое моделирование и обработка экспериментальных данных

2.3.1 Математическое моделирование процесса высокоскоростного соударения с использованием метода конечных элементов

Моделирование процесса высокоскоростного соударения титанового стержня с неподвижной стальной преградой выполняли методом конечно-элементного анализа с использованием программного обеспечения *Ansys Autodyn 17* в лагранжевой постановке. Для расчетов значений давления и температуры использовали модифицированное уравнение состояния Ми - Грюнайзена.

В процессе высокоскоростной пластической деформации предел текучести материала определяется сочетанием факторов, связанных с деформационным упрочнением, температурным разупрочнением, а также со скоростью деформации. Для учета этих факторов была использована модель прочности Джонсона - Кука:

$$\sigma = (A + B\varepsilon_p^n)(1 + C \ln \dot{\varepsilon}_p)(1 - T_H^m), \quad (2.1)$$

где σ - напряжение;

ε_p - эффективная пластическая деформация;

$\dot{\varepsilon}_p$ - нормированная скорость эффективной пластической деформации;

$T_H = (T - T_0)/(T_m - T_0)$;

T_0 - начальная температура (300 K);

T_m - температура плавления материала;

A, B, C, n, m - коэффициенты, зависящие от материала.

Параметры материалов, относящиеся к данным моделям, приведены в таблице 2.4.

Расчеты проведены с использованием моделей двух типов, предполагающих решение в двумерной постановке с учетом осевой симметрии системы. Одна из них была связана с повторением расчетов по высокоскоростному соударению стержня из титанового сплава со стальной пластиной, описанному в

Таблица 2.4 – Параметры модифицированного уравнения состояния Ми - Грюнайзена и модели прочности Джонсона - Кука соответствующие анализируемым материалам

Модифицированное уравнение состояния Ми - Грюнайзена

Параметр	Титан (<i>Grade2</i>)	Сталь (<i>SS400</i>)
Плотность, г/см ³	4,510	7,750
Коэффициент Грюнайзена	1,230	2,170
Коэффициент C_1 , м/мс	5,020	4,569
Коэффициент S_1	1,536	1,490
Температура среды, К	300	
Удельная теплоёмкость, кДж/г·К	$5,000 \cdot 10^{-4}$	$4,770 \cdot 10^{-4}$

Модель Джонсона - Кука

Параметр	Титан (<i>Grade2</i>) [23]	Сталь (<i>SS400</i>) [114]
Модуль сдвига, ГПа	68,75000	81,80001
Коэффициент A , ГПа	0,23600	0,47867
Коэффициент B , ГПа	0,24500	0,42302
Коэффициент C	0,01250	0,03200
Коэффициент n	0,53900	0,64000
Коэффициент m	1	
Температура плавления, К	1941	1400

разделе 2.1.3. В данной модели длина стержня составляла 80 мм, диаметр равнялся 10 мм. Неподвижная преграда представляла собой пластину размерами 80 мм × 10 мм. Сетка стержня содержала $721 \times 81 = 58401$ элемента, размеры которых линейно уменьшались от середины стержня к его началу.

Модели второго типа были разработаны для анализа процесса высокоскоростного соударения стержней различной длины (120; 40; 35; 30; 25; 20 мм). Во всех случаях диаметр стержней составлял 10 мм. Размеры элементов сетки были одинаковыми, изменялось только их количество. При проведении расчетов были реализованы модели с различным числом элементов: 11361 (541×21); 3801 (181×21); 3045 (145×21); 2541 (121×21); 2184 (104×21); 1911 (91×21). При описании неподвижной преграды (стальной стенки) во всех случаях сетка состояла из 18983 (41×463) элементов одинакового размера.

2.3.2 Моделирование процессов пластической деформации и нагрева титановых сплавов методом молекулярной динамики

Процессы пластической деформации и последующего нагрева заготовки α -титана моделировали методом молекулярной динамики с использованием программного пакета *LAMMPS*. В работе было реализовано два типа моделей. Первая модель описывала монокристалл размером 59 нм × 51,2 нм × 48,2 нм, состоящий из 8 миллионов атомов. Вторая модель (1 031 822 атомов) представляла собой поликристалл размерами 29,5 нм × 25,6 нм × 24,1 нм, собранный из 12 монокристаллов методом Вороного. Построение поликристалла было выполнено с использованием открытого программного обеспечения *Atomsk* [115]. Энергия взаимодействия между атомами описывалась потенциалом, представленным в работе [116]. Данный потенциал соответствует модели погруженного атома и используется для решения задач, связанных с деформацией, образованием и аннигиляцией кристаллических дефектов, а также высокотемпературными фазовыми переходами.

Расчеты описанных выше моделей выполнялись в два этапа. Первый этап соответствовал деформации материала по схеме осевого сжатия на величину до 80 %. На втором этапе, температура системы повышалась и деформированный материал нагревался до 1000 °С.

Расчет плотности дислокаций осуществляли при постобработке полученных данных методом извлечения дислокаций («*dislocations extraction algorithm*») [117]. Для этого использовали визуализатор результатов молекулярной динамики *OVITO* [118].

2.3.3 Обработка данных, полученных методом дифракции синхротронного излучения

2D-детекторы, расположенные на линиях *P07* и *ID13* немецкого синхротрона *DESY* и международного источника СИ *ESRF*, позволяют получать двумерные дифракционные картины высокого разрешения. Применение моделей, связанных с профильным анализом, требует дополнительной обработки полученных картин. Ниже представлен алгоритм обработки данных дифракционных экспериментов.

- Определение геометрических параметров дифракционной схемы. Для этого использовали дифрактограмму эталонного поликристаллического

гексаборида лантана LaB_6 . Расчет параметров осуществляли с использованием программного обеспечения *Python Fast Azimuthal Integration (pyFAI)* [119].

- Последующее азимутальное интегрирование $2D$ -дифракционных картин с использованием скриптов, разработанных на основе пакета *pyFAI*.
- Вычитание фона дифракционных картин с использованием полиномиальной функции.
- Проведение профильного анализа дифракционных картин. Анализ проводили с использованием функций псевдо-Войта. Полный дифракционный профиль описывали в виде суммы функций.
- Вычитание инструментального вклада в уширение дифракционных максимумов. Вклад рассчитывали, исходя из профильного анализа дифракционной картины эталонного поликристаллического гексаборида лантана LaB_6 . Итоговый инструментальный вклад описывали функцией Каглиотти.
- Расчет структурных параметров материалов с использованием классических и модифицированных моделей Вильямсона - Холла и Уоррена - Авербаха. Подробное описание данных моделей приведено в разделе 1.8.1 диссертационной работы.

Отдельно стоит отметить, что при анализе дифракционных данных, получаемых при исследовании материалов в процессе нагрева (в режиме *in-situ*), в алгоритм целесообразно вводить приведенные ниже поправки.

- С использованием данных о положении дифракционных максимумов учесть термическое расширение кристаллической решетки.
- С использованием корректировки на безразмерный фактор Дебая - Уоллера [120] учесть влияние тепловых колебаний кристаллической решетки на дифракционную картину согласно формуле:

$$I(\theta) = I_0(\theta)e^{-2M(\theta)}, \quad (2.2)$$

где $I(\theta)$ - интенсивность спектра дифракционной картины;

$I_0(\theta)$ - интенсивность рассеяния в случае жесткой решетки;

$M(\theta)$ - фактор Дебая-Уоллера, описываемый согласно формуле:

$$M(\theta) = \frac{6h^2T}{mk_B\Theta_D^2} \left[\varphi(x) + \frac{x}{4} \right] \left(\frac{\sin\theta}{\lambda} \right)^2, \quad (2.3)$$

где h - постоянная Планка;
 T - температура;
 m - масса колеблющегося атома;
 k_B - постоянная Больцмана;
 Θ_D - характеристическая температура Дебая;
 λ - длина волны;
 $x = \Theta_D/T$;
 $\varphi(x)$ - функция Дебая.

Данные поправки были успешно применены в диссертационной работе при анализе дислокационной структуры титановых сплавов, подвергнутых индукционному нагреву (глава 4).

Все указанные выше расчеты были выполнены с использованием разработанного автором программного обеспечения, реализованного на языке программирования *Python*.

2.3.4 Математическая обработка экспериментальных данных

Расчеты, основанные на профильном анализе, требуют проведения функциональной аппроксимации экспериментальных данных. Для этого был использован метод наименьших квадратов, являющийся базовым методом регрессионного анализа. В программных скриптах использовалась реализация данного метода в библиотеке *scipy*. Качество аппроксимации экспериментальных данных функциональными зависимостями оценивали с использованием скорректированного коэффициента детерминации, который рассчитывали по формуле:

$$R_{adj}^2 = 1 - \frac{SS_{res}/(n - k)}{SS_{tot}/(n - 1)},$$

где SS_{res} - сумма квадратов остатков регрессии;

SS_{tot} - общая сумма квадратов;

n - количество наблюдений;

k - количество параметров.

Решение задач, поставленных в работе, требовало проведения большого количества расчетов, связанных с решением задач из таких разделов математики как комбинаторика и векторная алгебра. Данные расчеты были проведены с использованием библиотек *sympy*, *itertools*, *numpy* и др.

Глава 3 ПРЕОБРАЗОВАНИЕ ДИСЛОКАЦИОННОЙ СТРУКТУРЫ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ В ПРОЦЕССАХ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ И ЕЕ СВЯЗЬ С МЕХАНИЧЕСКИМИ СВОЙСТВАМИ

Особенности дислокационной структуры титановых сплавов формируемой в процессе холодной пластической деформации изучены гораздо в меньшей степени, чем сплавов на основе железа, никеля, алюминия и меди. Это обусловлено тем, что титановые сплавы, в первую очередь, сплавы на основе α -титана, представляют собой более сложные объекты для анализа, в особенности с использованием дифракционных методов. Так, в виду анизотропии упругих свойств, искажения решётки, вызываемые дислокациями приводят к тому, что уширение дифракционных максимумов плохо подчиняется известным законам Вильямсона-Холла и Уоррена-Авербаха. Анализ также усложняется в связи с возможностью протекания в титановых сплавах фазовых превращений, вызванных повышением давления. Кроме того, в ряде схем внешнего воздействия распределение деформаций по объёму заготовки может быть неравномерным.

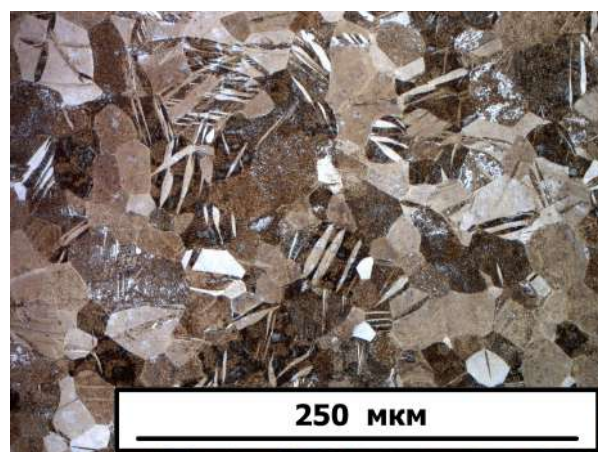
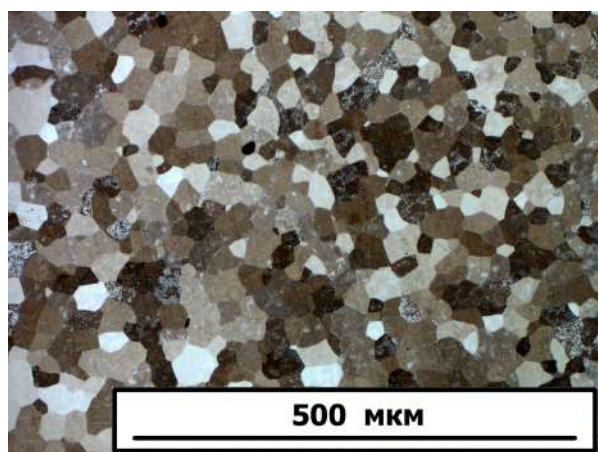
В данной главе показано, что сочетание дифракции синхротронного рентгеновского излучения и новых методов профильного анализа, учитывающих влияние дислокаций на форму профиля дифракционных максимумов, является эффективным инструментом для исследования дислокационной структуры титановых сплавов, деформированных как по широко распространённым (например, холодная прокатка), так и более редким (кручение под высоким давлением, высокоскоростное соударение) схемам. Показана взаимосвязь механических свойств и параметров микроструктуры, зафиксированных дифракционными методами.

3.1 Исследование эволюции структуры α -титана при холодной прокатке с использованием профильного анализа дифрактограмм. Сравнение результатов классических и модифицированных методов профильного анализа

Хорошо известно, что пластическая деформация металлических материалов сопровождается увеличением концентрации дислокаций и других дефектов

кристаллического строения и приводит к повышению уровня их свободной энергии. Одним из наиболее распространённых способов деформирования металлических материалов, широко распространённым в промышленном производстве, является прокатка в холодном состоянии. В данном разделе представлены результаты исследований образцов технически чистого титана ВТ1-0, деформированного с различными степенями по методике, представленной в разделе 2.1.1 [100]. Полученные образцы исследовали методом рентгеновской дифракции на линии P07 источника синхротронного излучения *Deutsches Elektronen-Synchrotron (DESY)* (см. раздел 2.2.1). Зафиксированные экспериментально рентгенограммы подвергали профильному анализу с использованием классических методов (в данном случае - метода Вильямсона - Холла), а также с применением модифицированных методов. Структуру анализируемых материалов изучали методом световой микроскопии. Степень упрочнения материалов оценивали дюрOMETрическим методом.

На рисунке 3.1 приведены результаты оптической металлографии технически чистого α -титана, деформированного с различными степенями. В исходном состоянии структура материала представлена равноосными зёрнами, что является результатом предварительной прокатки и последующего длительного отжига (рисунок 3.1 а). Уже на первых стадиях деформации (рисунок 3.1 б,в) внутри зёрен происходит активное образование двойников. По мере увеличения степени обжатия заготовок их количество постепенно возрастает. Повышение степени пластической деформации образцов приводит также к текстурированию материала, тонкие детали строения которого методом световой микроскопии выявить достаточно сложно. Следует, тем не менее, отметить, что следы бывших высокоугловых границ различимы даже после прокатки с максимальной степенью обжатия (рисунок 3.1 и, к).



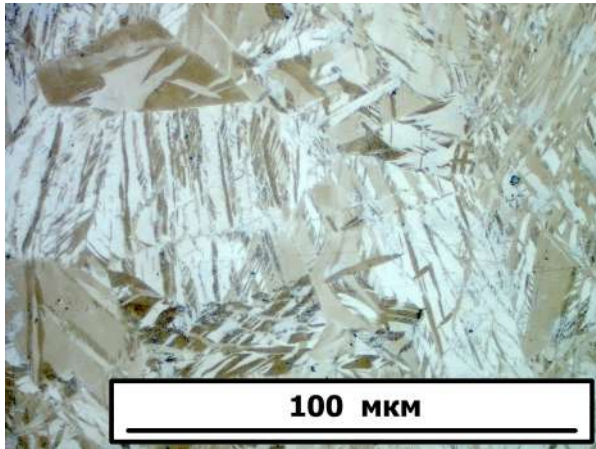
(а)



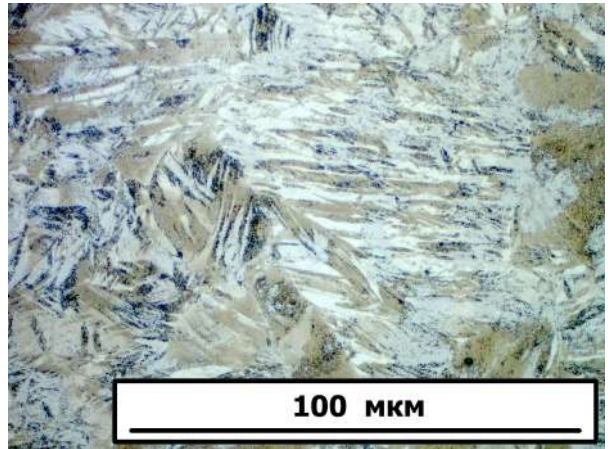
(б)



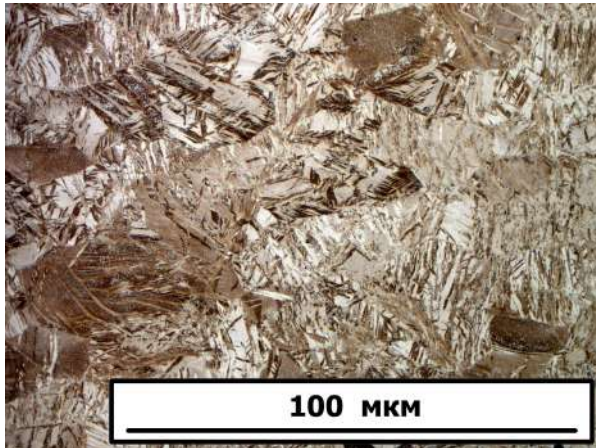
(в)



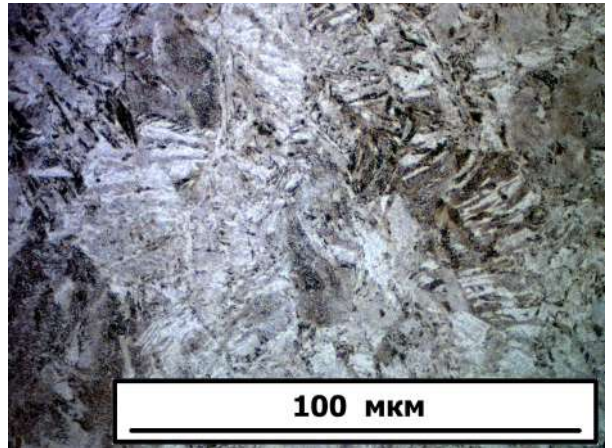
(г)



(д)

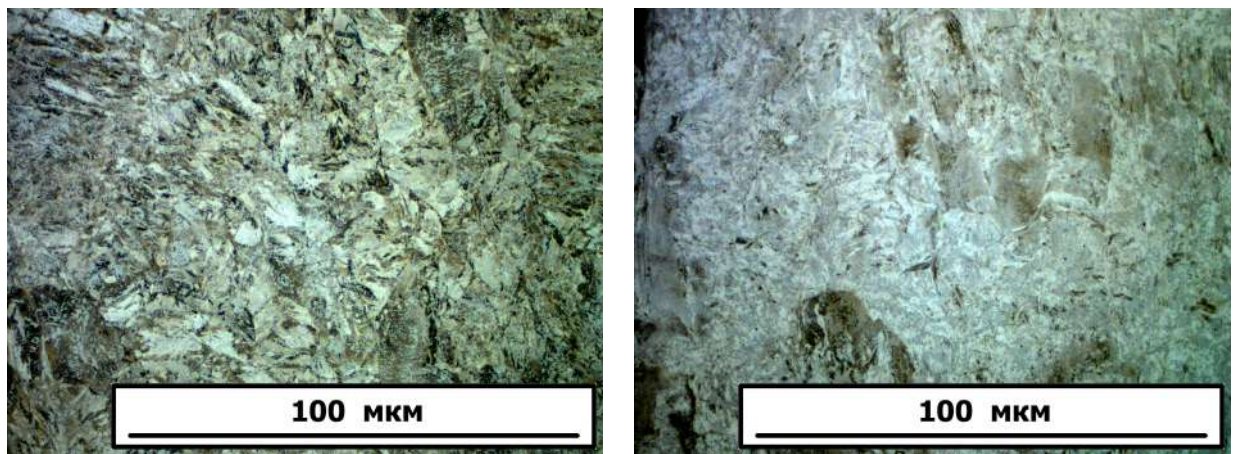


(е)



(ж)

(з)

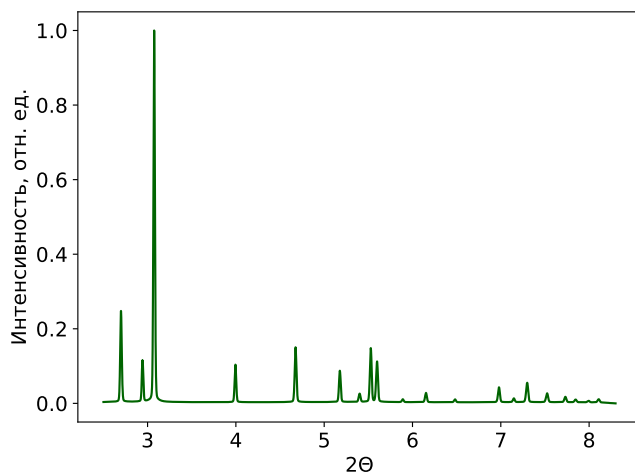


(и)

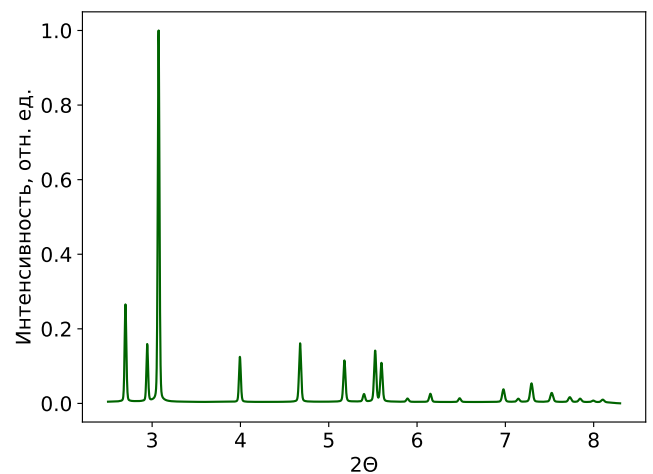
(к)

Рисунок 3.1 — Световая микроскопия образцов со структурой α -титана, пластически деформированных с различными степенями (ϵ_{eff}): 0 % (а); 5,2 % (б); 11,4 % (в); 17,5 % (г); 25,2 % (д); 31,1 % (е); 39,1 % (ж); 45,7 % (з); 51,2 % (и); 56,8 % (к)

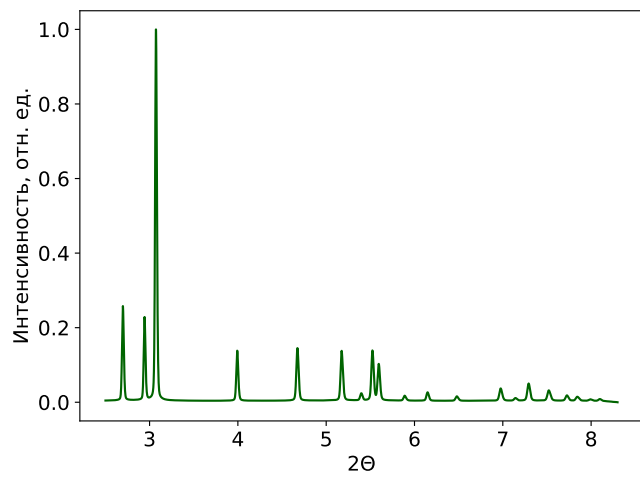
Дифрактограммы, полученные при изучении материалов с использованием синхротронного излучения, представлены на рисунке 3.2.



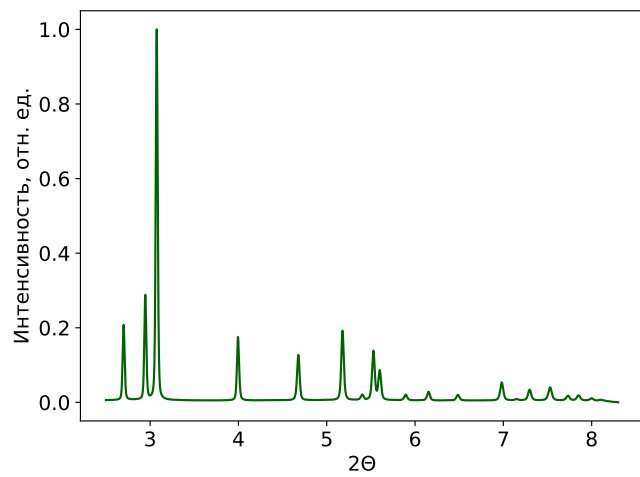
(а)



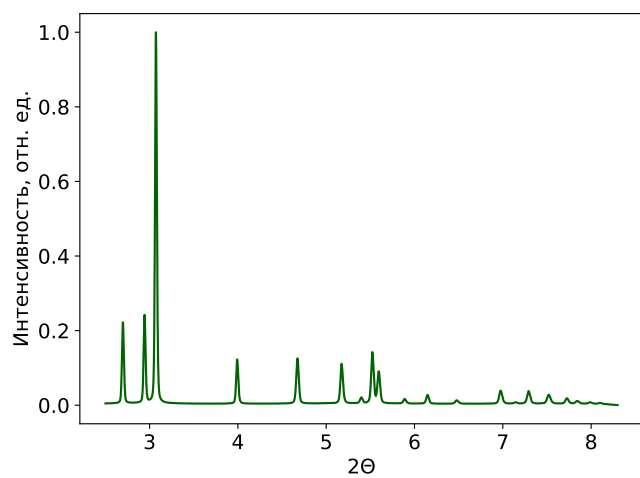
(б)



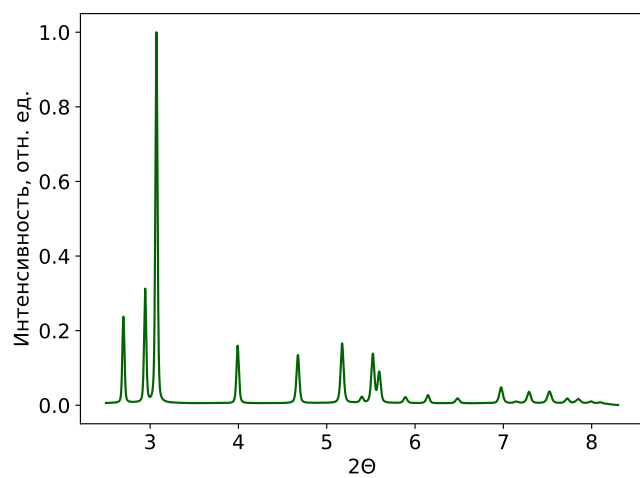
(B)



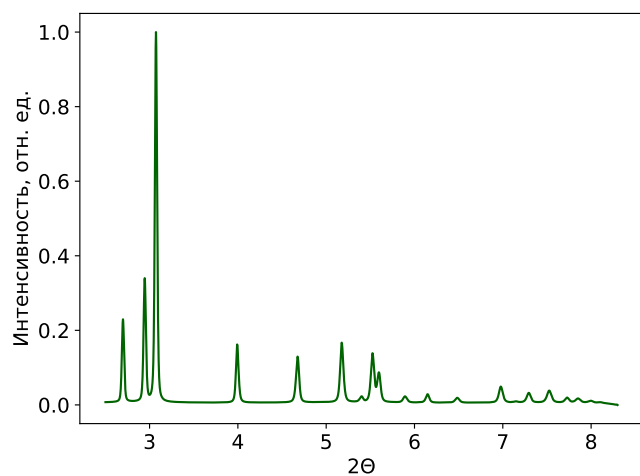
(Г)



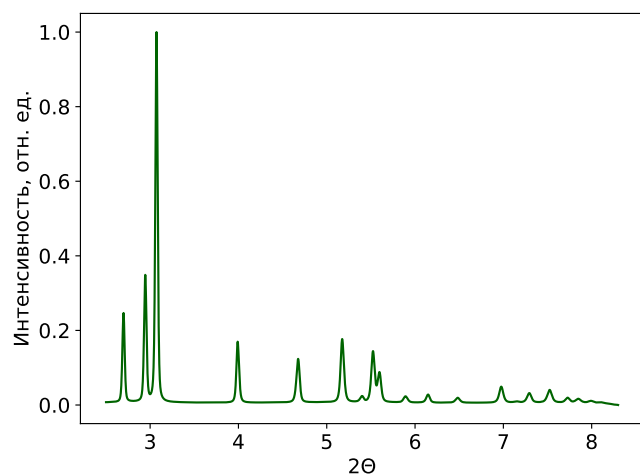
(Д)



(e)



(Ж)



(3)

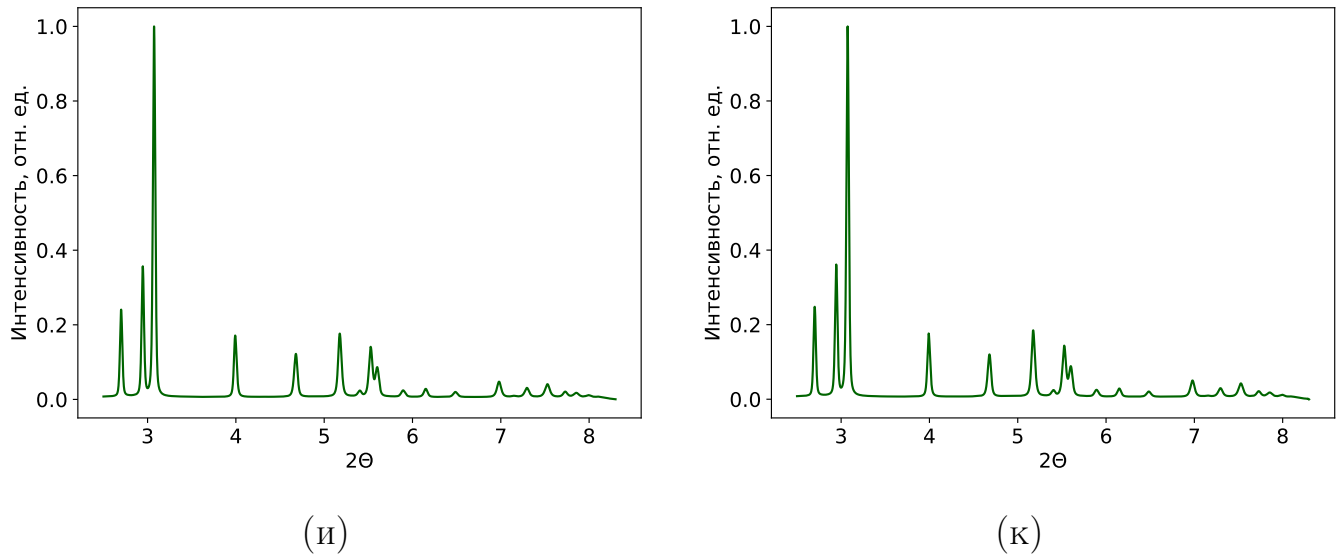


Рисунок 3.2 — Диффрактограммы заготовок со структурой α -титана, прокатанных с различными степенями (ϵ_{eff}): 0 % (а); 5,2 % (б); 11,4 % (в); 17,5 % (г); 25,2 % (д); 31,1 % (е); 39,1 % (ж); 45,7 % (з); 51,2 % (и); 56,8 % (к)

Как отмечалось в разделе 1.7.1, для всех фаз, возникающих в титановых сплавах, в том числе и для α -титана, характерна сильная анизотропия упругих свойств. Данная особенность приводит неравномерному уширению различных дифракционных пиков пластически деформированного α -титана, что четко проявляется при анализе материалов с использованием классического метода Вильямсона - Холла (рисунок 3.3).

Анализ данных, представленных на рисунке 3.3, позволяет сделать вывод о существенном разбросе экспериментальных значений относительно линейной зависимости (предсказываемой уравнением Вильямсона - Холла) для всех исследуемых образцов. Об этом же свидетельствуют значения коэффициента детерминации R_{adj}^2 . Таким образом, можно утверждать о целесообразности внесения ряда корректировок, учитывающих влияние дефектов кристаллической решетки на уширение рентгеновских максимумов.

Одним из наиболее простых способов учета анизотропии свойств кристалла является введение поправки на модуль Юнга. Такой подход, в частности, был использован в работе [93]. Известно, что модуль Юнга большинства кристаллов зависит от кристаллографического направления. Для гексагональных кристаллов модуль Юнга в направлении $[uv.w]$, нормальном плоскости рентгеновского отражения с индексами $(hk.l)$, находится из соотношения, в которое

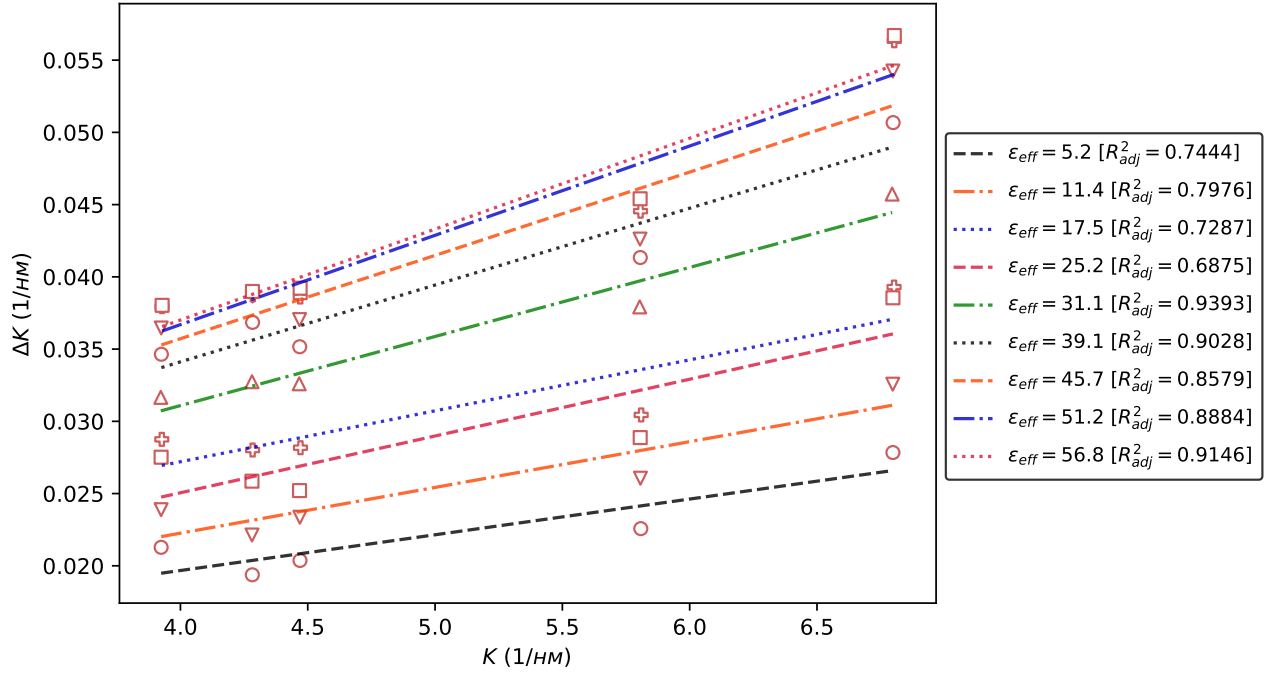


Рисунок 3.3 — Классический график Вильямсона - Холла для образцов со структурой α -титана, пластически деформированных с различными степенями. Эффективные степени пластической деформации, накопленные в результате прокатки, указаны в легенде справа от графика

входят коэффициенты тензора податливости материала S_{ij} , а также индексы вектора нормали $[uv.w]$ [60]:

$$E_{hk.l}^{-1} = \frac{(u^2 + v^2 - uv)^2 S_{11} + w^4 c^4 S_{33} + (u^2 + v^2 - uv) w^4 a^2 c^2 (S_{44} + 2S_{13})}{[(u^2 + v^2 - uv)^2 a^2 + w^2 + c^2]^2}. \quad (3.1)$$

Направление нормали $[uv.w]$ к плоскости $(hk.l)$ может быть найдено из следующего соотношения:

$$\begin{bmatrix} u \\ v \\ w \end{bmatrix} = G^{-1} \cdot \begin{bmatrix} h \\ k \\ l \end{bmatrix}, \quad (3.2)$$

где G - метрический тензор кристалла:

$$G = \begin{bmatrix} a \cdot a & a \cdot b \cdot \cos\gamma & a \cdot c \cdot \cos\beta \\ a \cdot b \cdot \cos\gamma & b \cdot b & b \cdot c \cdot \cos\alpha \\ a \cdot c \cdot \cos\beta & b \cdot c \cdot \cos\alpha & c \cdot c \end{bmatrix}, \quad (3.3)$$

a , b и c - параметры элементарной ячейки кристалла;

α , β и γ - углы между векторами элементарных трансляций \vec{a} и \vec{b} , \vec{a} и \vec{c} , \vec{b} и \vec{c} соответственно.

Используя значения S_{ij} для α -титана, приведенные в работе [55], были рассчитаны значения $E_{hk.l}$ для нормали к каждой из плоскостей $(hk.l)$, наблюдаемых на рентгенограмме. Результаты расчетов приведены в таблице 3.1. Далее согласно уравнению (1.7) был выполнен анализ, результаты которого отражены на рисунке 3.4.

Таблица 3.1 — Модуль Юнга ($E_{hk.l}$) в кристаллографических направлениях $[uv.w]$, нормальных плоскостям $(hk.l)$ α -титана

Плоскость дифракционного отражения	Вектор нормали $[uv.w]$	$E_{hk.l}$, ГПа
(10.0)	[2 1 . 0]	58,47
(00.2)	[0 0 . 1]	146,15
(10.1)	[10 5 . 3]	198,11
(10.2)	[10 5 . 6]	247,46
(11.0)	[1 1 . 0]	25,98

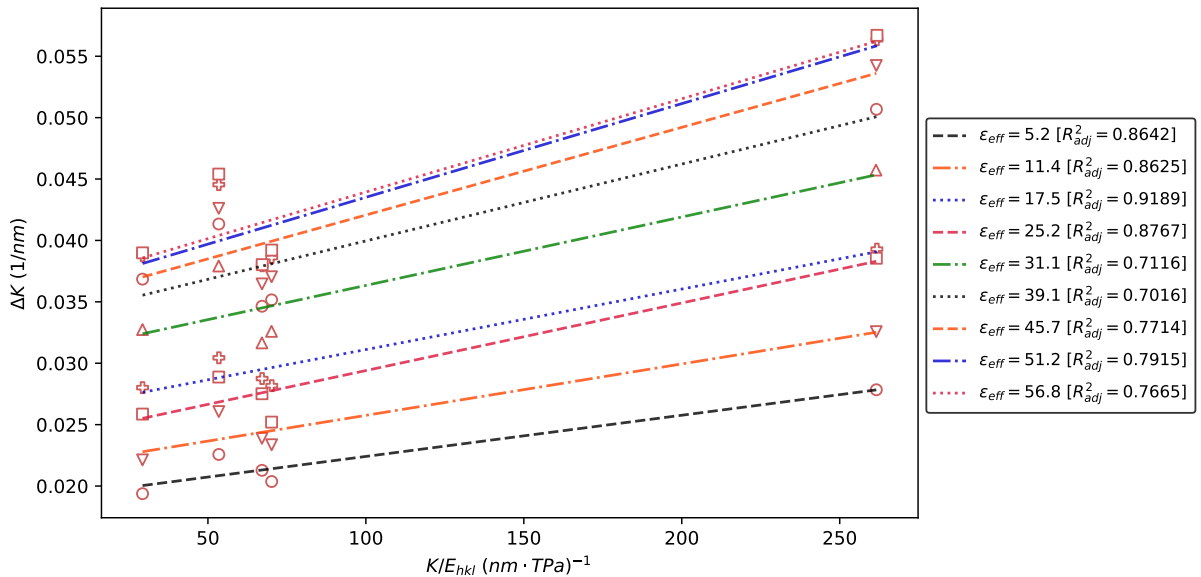


Рисунок 3.4 — График Вильямсона - Холла для пластически деформированного α -титана с учётом различий модуля Юнга по различным кристаллографическим направлениям

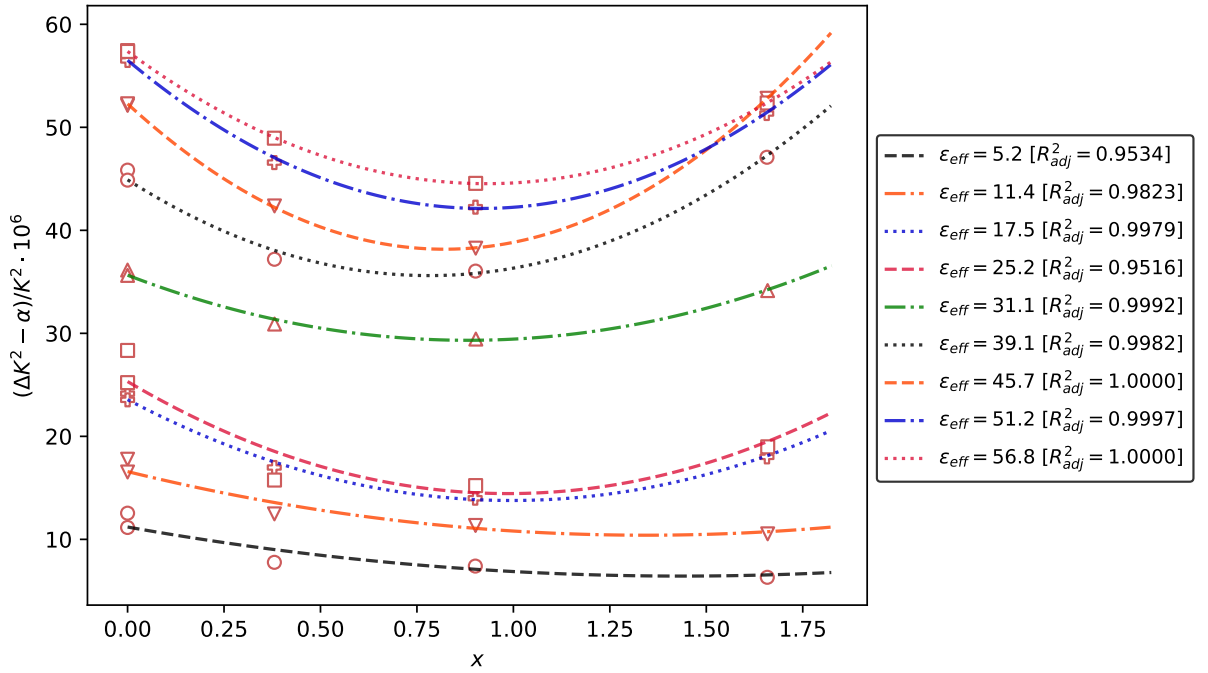


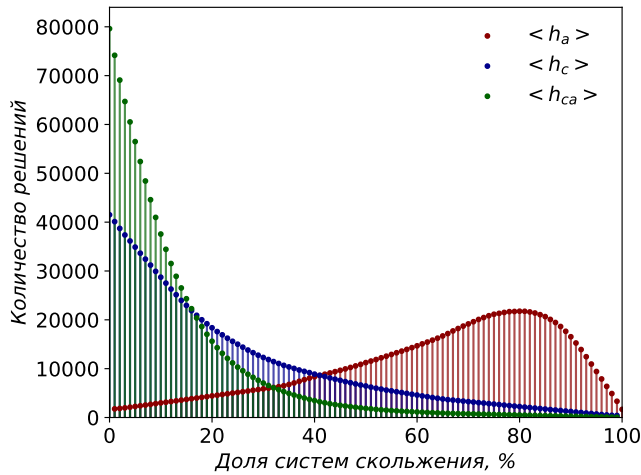
Рисунок 3.5 — Зависимости, построенные по модели мВХ для образцов из пластически деформированного α -титана

Представленные результаты свидетельствуют о том, что, несмотря на введение поправок на модуль Юнга, отклонение функции (1.7) от экспериментально полученных данных все еще велико (рисунок 3.4). В работе [93] было показано, что при исследовании материалов, соответствующих кубической сингонии, введение поправки на модуль Юнга приводит к значительному уменьшению ошибки и повышению качества аппроксимации экспериментальной зависимости.

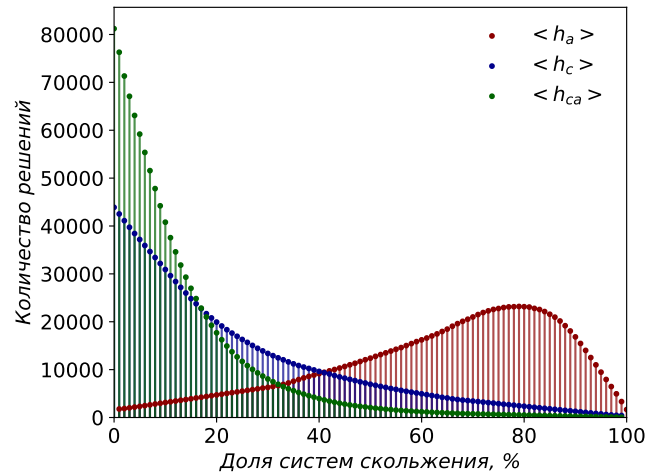
Таким образом, с целью снижения ошибки аппроксимации целесообразно использовать иные подходы, основанные, например, на дислокационной модели упругих искажений. Существенно снизить ошибку аппроксимации позволило использование метода мВХ (рисунок 3.5). Полученный расчетным методом коэффициент детерминации находится в диапазоне от 0,95 до 1, что свидетельствует о чрезвычайно низкой дисперсии случайной ошибки модели мВХ.

Параметры $q_1^{(m)}$ и $q_2^{(m)}$ параболической аппроксимации зависимости мВХ позволяют рассчитать относительное распределение дислокаций с тремя основными векторами Бюргера: \vec{b}_a , \vec{b}_c и \vec{b}_{ca} (уравнение 1.15). Для проведения такого расчета был разработан алгоритм, который, согласно экспериментально полученным значениям $q_1^{(m)}$ и $q_2^{(m)}$, учитывает все возможные варианты решений

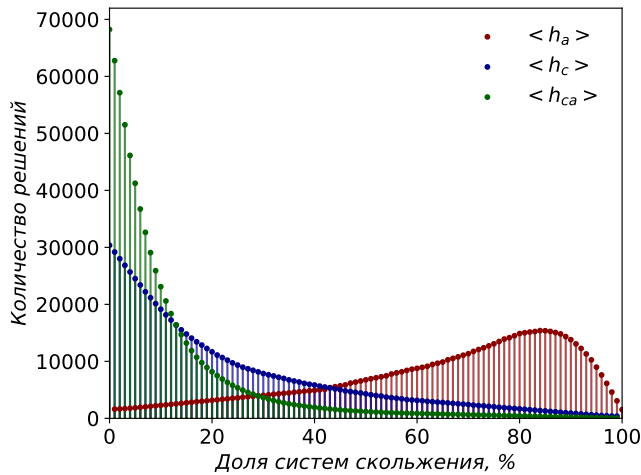
уравнений (1.16) и (1.17). В результате были построены гистограммы вероятности распределения дислокаций, соответствующих трем векторам Бюргерса (рисунок 3.6). Ось абсцисс каждой из гистограмм поделена на 100 промежутков и на каждом из них определено число решений для типов дислокаций h_a , h_c , h_{ca} , удовлетворяющих заданным условиям.



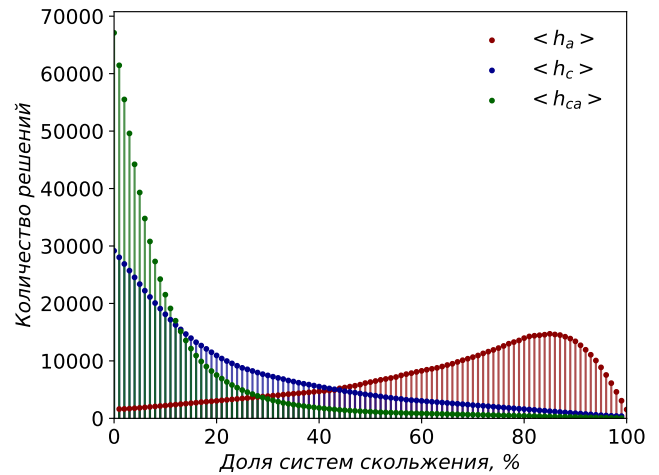
(а)



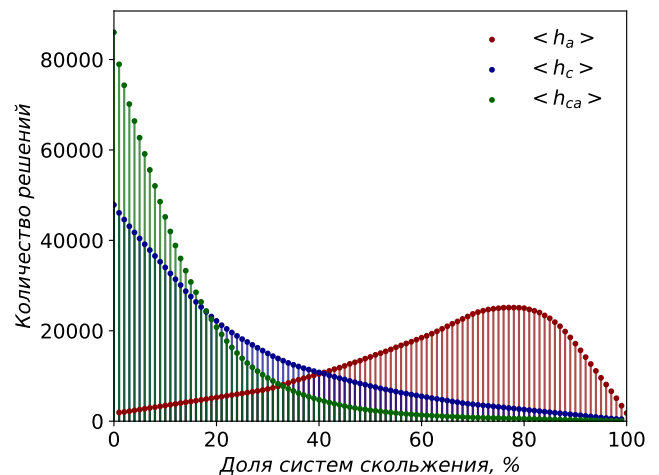
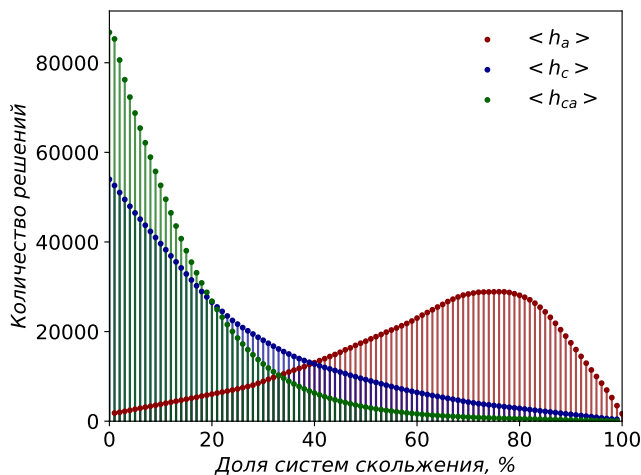
(б)



(в)



(г)



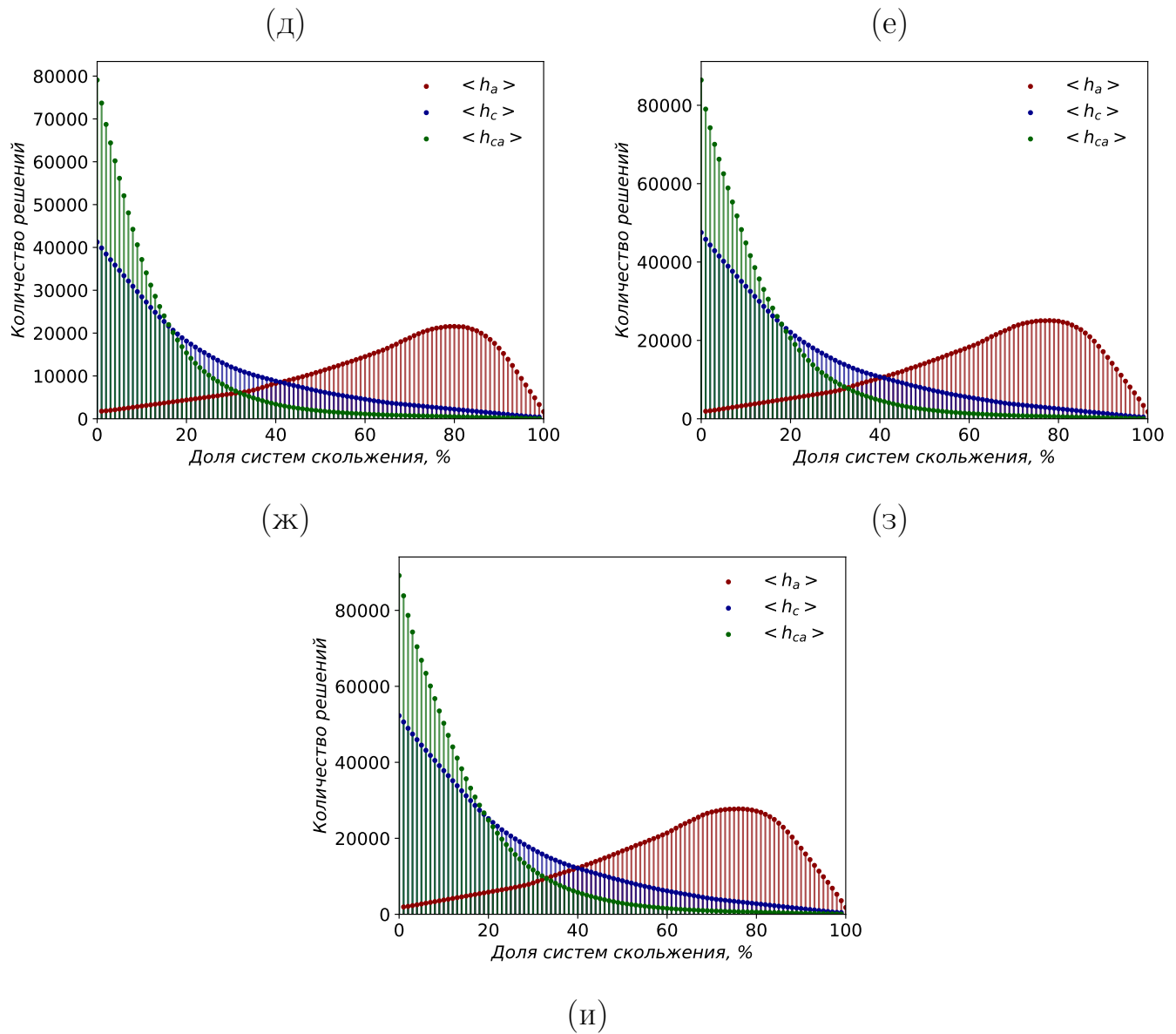


Рисунок 3.6 — Гистограммы вероятности распределения дислокаций с векторами Бюргера \vec{b}_a , \vec{b}_c и \vec{b}_{ca} для α -титана, пластически деформированного со степенью ε_{eff} : 5,2 % (а); 11,4 % (б); 17,5 % (в); 25,2 % (г); 31,1 % (д); 39,1 % (е); 45,7 % (ж); 51,2 % (з); 56,8 % (и)

Для каждой из гистограмм были найдены средние значения относительного распределения $\langle h_a \rangle$, $\langle h_c \rangle$ и $\langle h_{ca} \rangle$ для трех типов дислокаций (рисунок 3.7). Приведенные на рисунке данные позволяют сделать вывод о том, что на всех этапах пластической деформации относительное распределение дислокаций практически не меняется. Наибольшую долю занимают дислокации с вектором Бюргера \vec{b}_a (более 60 %). Полученный результат является ожидаемым, поскольку энергия образования дислокации пропорциональна квадрату

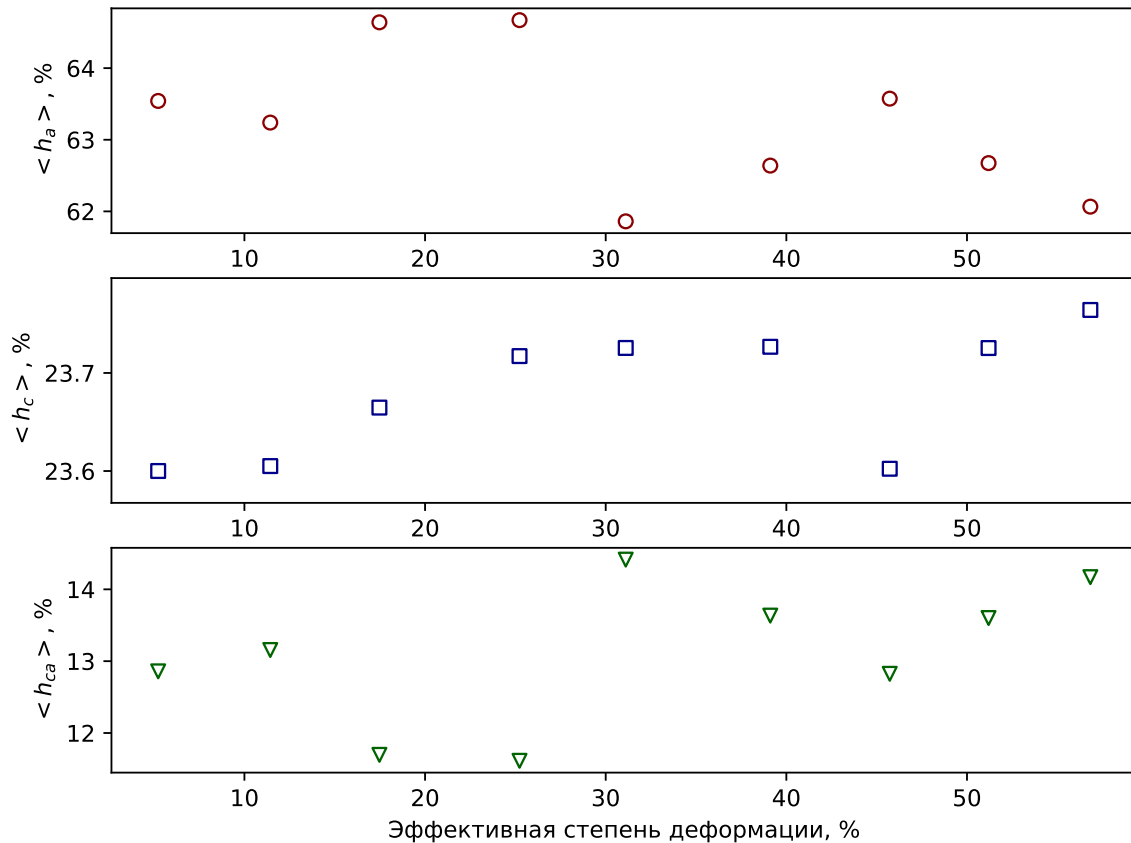


Рисунок 3.7 — Средние значения распределения дислокаций с тремя основными векторами Бюргера в α -титане при различных степенях пластической деформации

Таблица 3.2 — Мощность векторов Бюргера различных дислокаций в α -титане

$ \vec{b}_a $, нм	$ \vec{b}_c $, нм	$ \vec{b}_{ca} $, нм
0,295	0,468	0,553

ее вектора Бюргера и для дислокаций с вектором \vec{b}_a она минимальна. Мощности векторов Бюргера соответствующие трёх основным типам дислокаций в α -титане представлены в таблице 3.2.

На рисунке 3.8 а отражен характер изменения плотности дислокаций в материале, обусловленный повышением степени деформации. Из представленной диаграммы следует, что с увеличением степени деформации плотность дислокаций постепенно возрастает. Используя данные об относительном распределении дислокаций (рисунок 3.7), могут быть рассчитаны также абсолютные значения

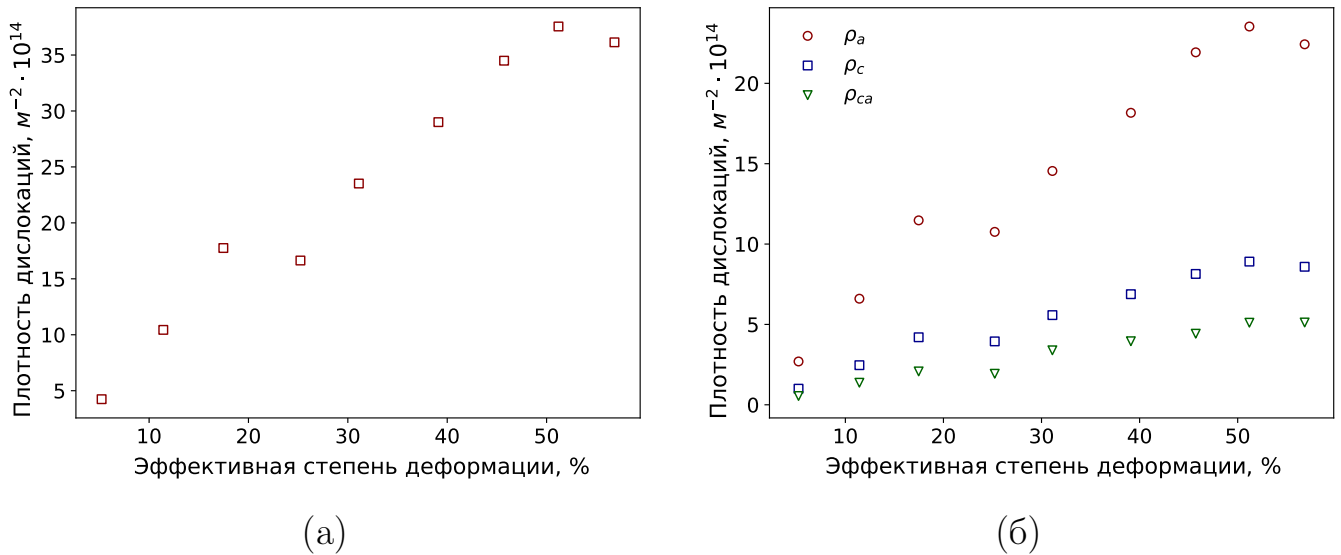
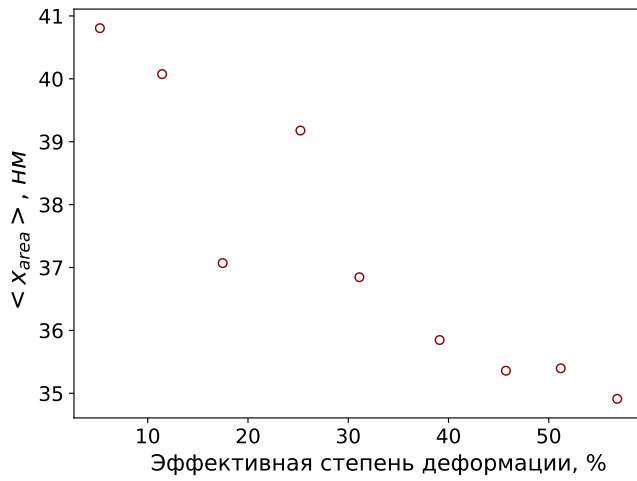


Рисунок 3.8 — Плотность дислокаций, возникших в образцах из α -титана при их пластической деформации: а - общая плотность; б - плотность дислокаций с различными векторами Бюргера

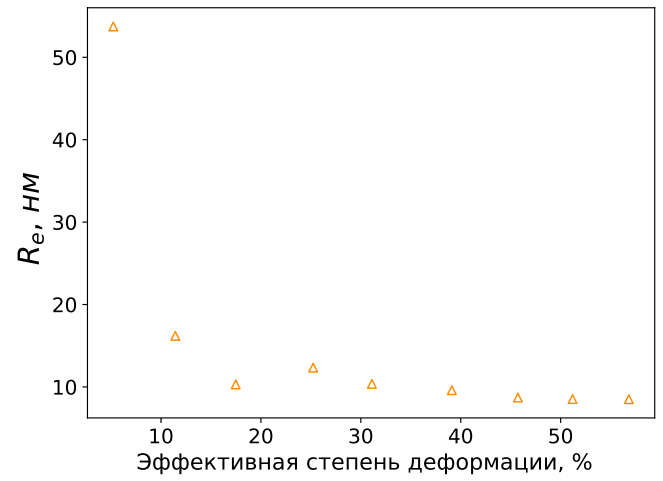
плотности дислокаций различных типов. Из рисунка 3.8 б следует, что повышение степени деформации сопровождается повышением плотности дислокаций всех типов. При этом наиболее интенсивно возрастает абсолютная плотность низкоэнергетических дислокаций, тогда как плотность средне- и высокоэнергетических изменяется не столь значительно.

На рисунке 3.9 представлены размеры областей когерентного рассеяния (ОКР), радиусы областей упругих искажений (R_e) и постоянные Вилкенса для всех исследуемых материалов. При изменении степени деформации размеры ОКР уменьшаются почти линейно. Характер изменения среднего радиуса области упругих искажений вокруг дислокаций (R_e) отражен на рисунке 3.9 б. Наибольшее среднее значение R_e соответствует материалу, деформированному со степенью 5,2 %. Следует отметить, что для этого образца значение R_e сравнимо с размерами ОКР. Для него характерно также и наибольшее значение постоянной Вилкенса (рисунок 3.9 в). Полученные данные свидетельствуют о том, что дислокационная структура анализируемого материала представлена преимущественно хаотично расположенными дислокациями.

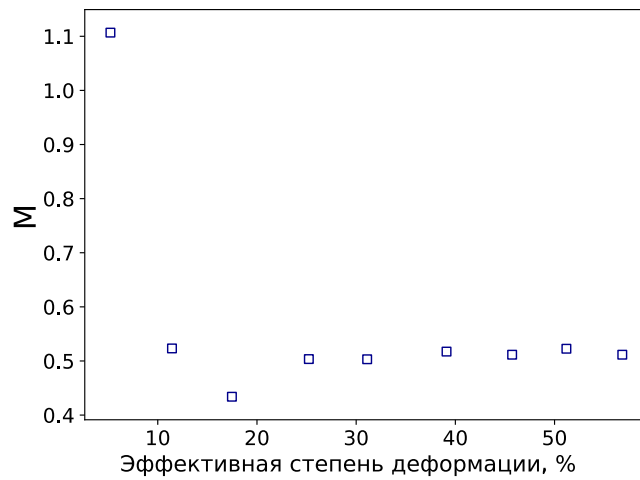
Повышение эффективной степени деформации (до 10 % и более) приводит к значительному снижению как параметра R_e , так и значения постоянной Вилкенса. Созданная в этих условиях дислокационная структура с позиции рентгеноструктурного анализа принципиально не изменяется.



(а)



(б)



(в)

Рисунок 3.9 — Изменение размеров ОКР (а), среднего радиуса области упругих искажений вокруг дислокации (б) и постоянной Вилкенса (в) при повышении степени пластической деформации образцов из α -титана

Рисунок 3.10 свидетельствует о корреляции основных структурных параметров и механических свойств анализируемого сплава согласно уравнениям Тейлора и Кульман-Вильсдорф (раздел 1.6). В данном случае речь идет о прочностных свойствах α -титана при растяжении, а также о его микротвердости. Ввиду того, что процессы, происходящие при растяжении и индентировании многих металлических материалов, хорошо коррелируют друг с другом, отмеченные уравнения часто применяются и для описания микротвердости.

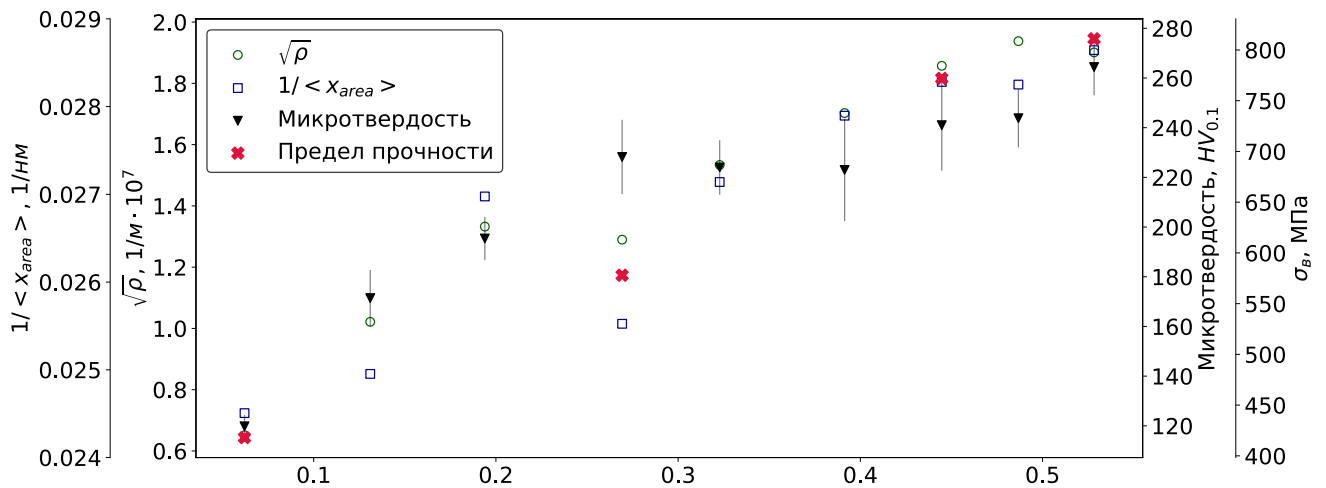


Рисунок 3.10 — Корреляция плотности дислокаций (ρ) и размеров ОКР ($\langle x_{area} \rangle$) с микротвердостью (HV) и пределом прочности (σ_B) пластически деформированного технически чистого α -титана согласно уравнениям

Кульман-Вильсдорф и Тейлора

3.2 Структурные изменения α' -титана, в процессе интенсивной пластической деформацией методом кручения под высоким давлением

Кручение под высоким давлением (КВД) является одним из методов интенсивной пластической деформации (ИПД). Его широко применяют для исследования поведения титановых сплавов, находящихся под действием высоких давлений. Характерная особенность этого технологического процесса заключается в том, что периферийные зоны образца и его центральная часть в процессе КВД находятся в различных условиях внешнего нагружения. По этой причине структурные преобразования, происходящие в этих зонах, различны. В данном разделе описаны результаты структурно-фазового анализа титанового сплава $Ti13Nb13Zr$, подвергнутого интенсивной пластической деформации методом КВД. Обработку материала проводили по методике, описанной в разделе 2.1.2. Форма и размеры образца после его деформации в наковальне показаны на рисунке 3.11. Структурные исследования материала были проведены с применением метода дифракции синхротронного излучения.

Перед проведением пластической деформации образец закаливали в воде. Результаты исследований, полученные методом сканирующей электронной микроскопии, свидетельствуют о формировании в процессе закалки структуры мартенситного типа (рисунок 3.12). В исходном (перед пластической деформации

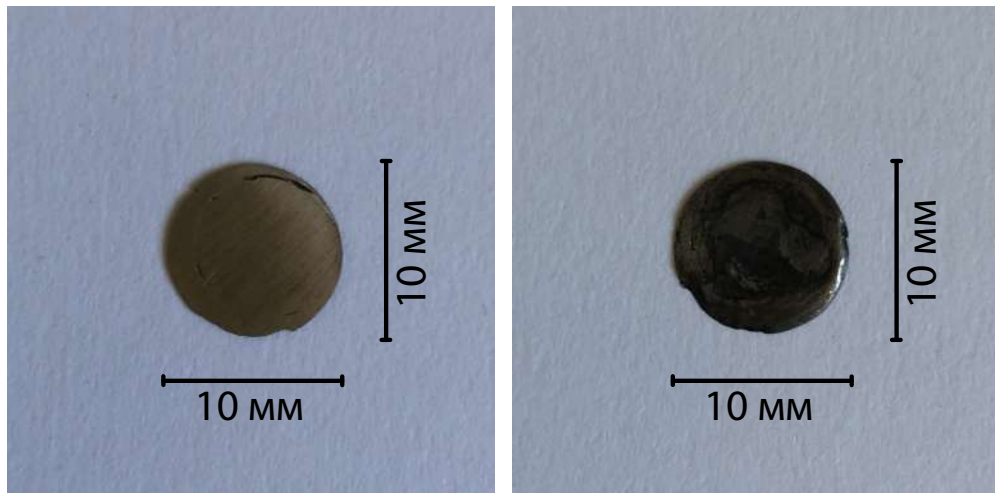


Рисунок 3.11 — Диск из сплава $Ti_{13}Nb_{13}Zr$, полученный методом КВД. Приведены снимки верхней и нижней поверхностей диска

цей) состоянии структура представлена крупными зёрнами и расположенными в них кристаллами «игольчатой» формы.

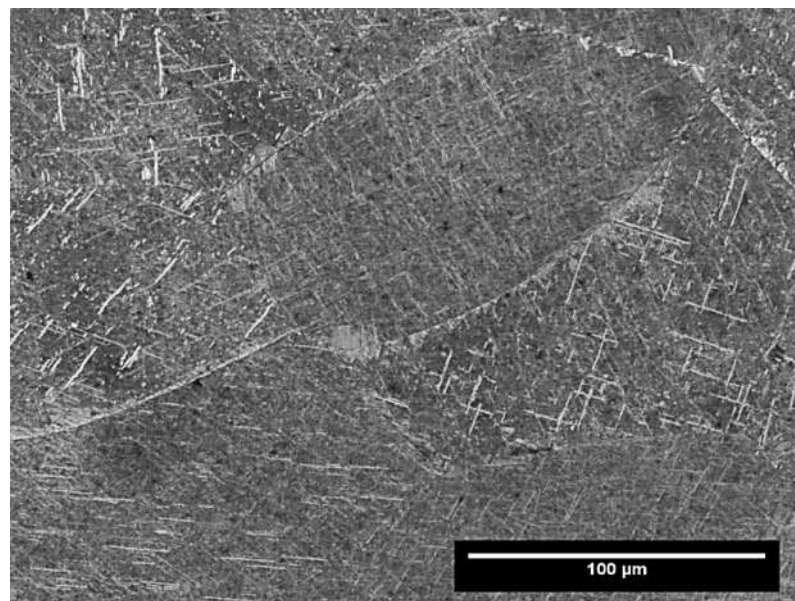


Рисунок 3.12 — Строение сплава $Ti_{13}Nb_{13}Zr$ до интенсивной пластической деформации. СЭМ

Согласно классическим представлениям, изложенным в работе [48], границы наблюдаемых крупных зёрен соответствуют границам бывших зёрен β -фазы титана, а расположенные в них кристаллы пластинчатого типа являются α' -фазой титана. Таким образом, структура материала перед пластической деформацией представлена только мартенситной α' -фазой титана.

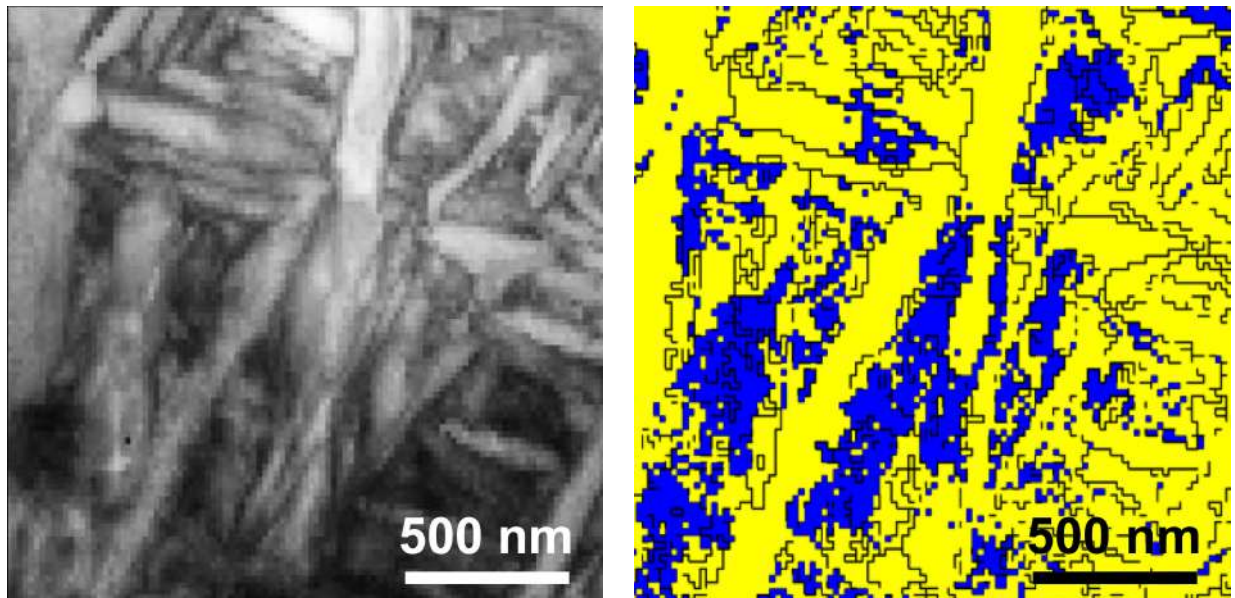
Результаты исследований, проведенных методом просвечивающей электронной микроскопии (рисунок 3.13), позволяют сделать вывод о том, что в

процессе пластической деформации происходят изменения фазового состава материала. Экспериментально зафиксировано присутствие α' - и β -фаз. В то же время, полученные в других работах данные [121] свидетельствуют о наличии в составе сплава $Ti_{13}Nb_{13}Zr$, деформированного методом КВД, метастабильной гексагональной ω -фазы. Учитывая это обстоятельство, были проведены дополнительные исследования материала с использованием метода дифракции синхротронного излучения, которые подтвердили присутствие в анализируемом нами сплаве метастабильной ω -фазы. Дифракционная карта деформированного сплава, полученная с использованием синхротронного излучения, приведена на рисунке 3.14. Полученные результаты подтверждают тот факт, что интенсивная пластическая деформация материала является причиной нескольких деформационно-индуцированных фазовых переходов. Во первых, в центральной области диска появляется β -фаза титана, что согласуется с результатами просвечивающей электронной микроскопии. Во вторых, результаты картирования указывают на присутствие в образце ω -фазы титана. Однако, данная фаза присутствует в материале в малом количестве. В соответствии с проведенными расчетами отношение интенсивностей дифракционных максимумов $(01.1)\text{-}\omega$ к $(10.2)\text{-}\alpha'$ и $(200)\text{-}\beta$ составляет 0,05 и 0,2 соответственно.

На рисунке 3.15 показано распределение общей плотности дислокаций, а также плотности дислокаций с тремя различными векторами Бюргерса в деформированном материале вдоль диаметра диска. Результаты анализа дислокационной структуры материала методами мВХ и мУА позволяют сделать вывод о неоднородном распределении плотности дислокаций в α' -фазе титана. Следует отметить, что в большем количестве (от 40 до 60 %) в материале присутствуют среднеэнергетические дислокации типа $\langle c \rangle$. Доля низкоэнергетических дислокаций $\langle a \rangle$ не превышает 25 %.

Дислокационная структура материала в различных участках диска также неоднородна. Низкие значения параметра Вилкенса указывают на то, что дислокации образуют упорядоченные построения. При этом областям с наименьшей плотностью дислокаций соответствуют максимальные значения R_e , что свидетельствует об относительно низком экранировании дислокациями друг друга.

На рисунке 3.16 приведен результат картирования микротвердости по поверхности диска. Следует отметить, что неравномерное распределение фаз и структурных параметров приводит к соответствующему распределению микротвердости материала. Областям диска, для которых характерно присутствие



(а)

(б)

Рисунок 3.13 — Псевдо-светлопольное изображение (ПЭМ) - (а); автоматическая карта распределения фаз, построенная методом *ACOM – TEM* (б) сплава $Ti_{13}Nb_{13}Zr$ после кручения под высоким давлением. Желтым цветом обозначена α' -фаза, синим β -фаза (исследования проведены в университете г. Сан-Карлос совместно с сотрудниками профессора А.М. Джоржа младшего)

β -фазы, а также наибольшей плотности дислокаций α' -фазы, соответствуют максимальные значения микротвердости.

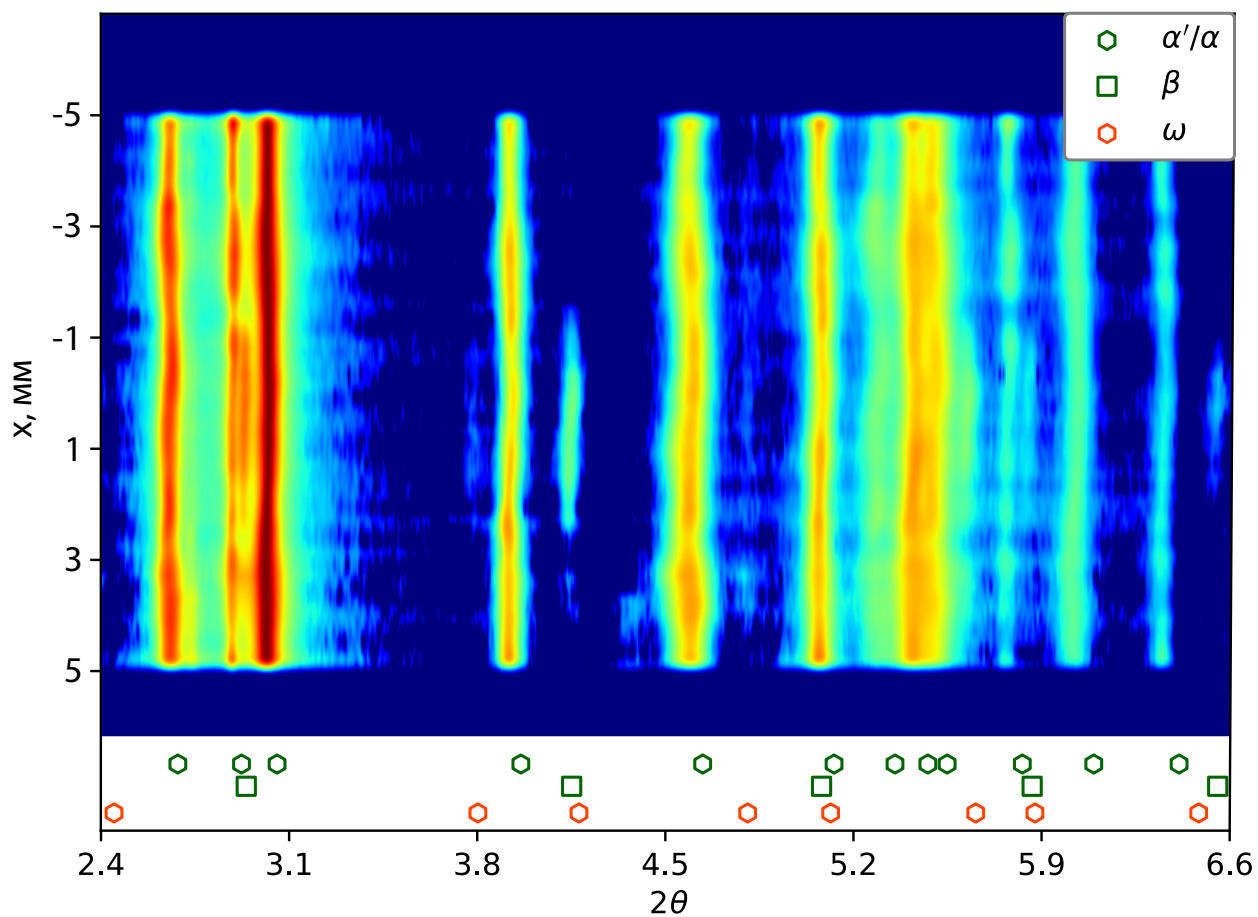


Рисунок 3.14 — Дифракционная карта и фазовый состав сплава $Ti_{13}Nb_{13}Zr$ после обработки методом КВД вдоль диаметра образца. Ноль по оси X соответствует центру деформированного диска

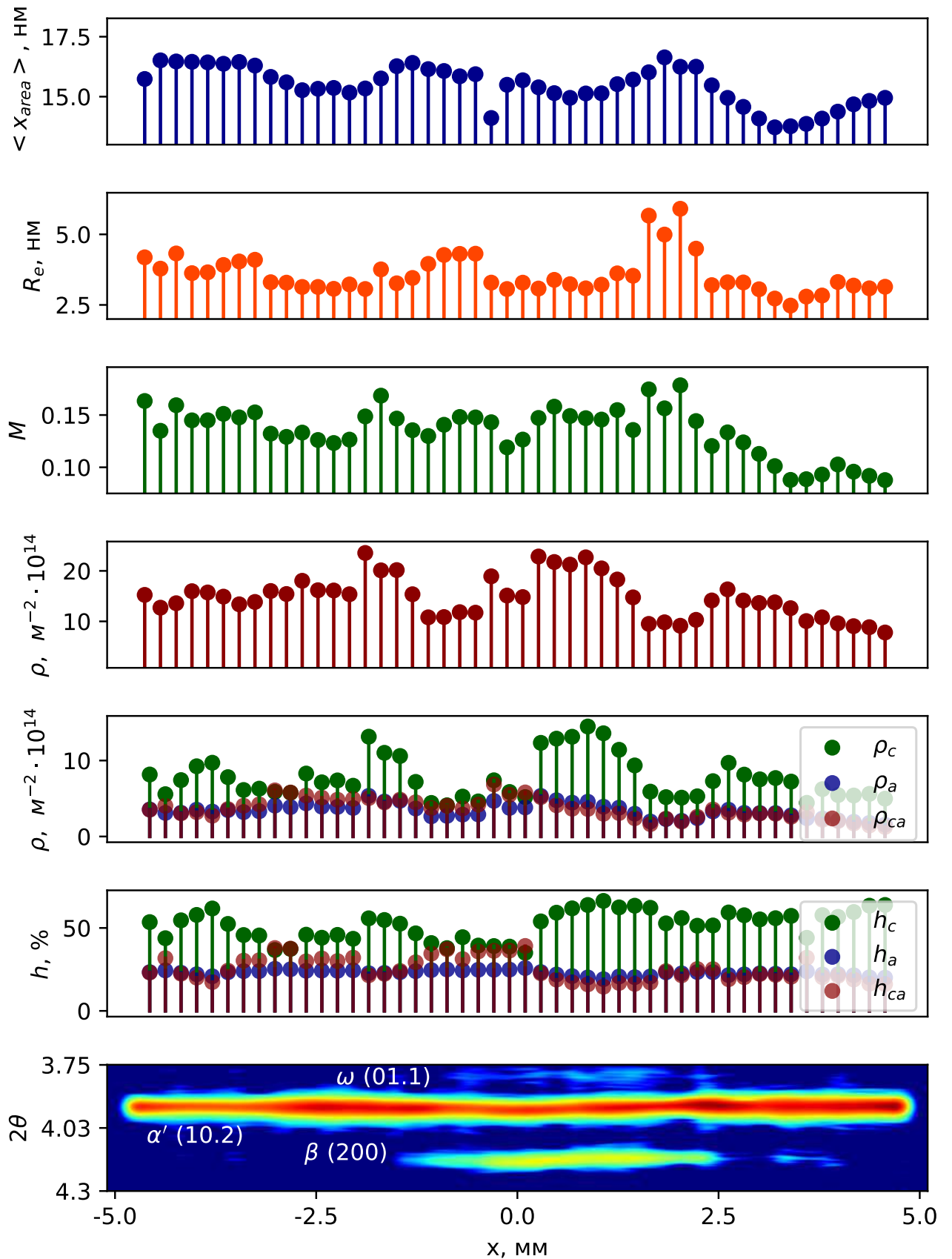


Рисунок 3.15 — Характер изменения структурных параметров α' -фазы сплава $Ti_{13}Nb_{13}Zr$ вдоль диаметра деформированного диска относительно дифракционных максимумов (01.1) - ω , (10.2) - α' и (200) - β

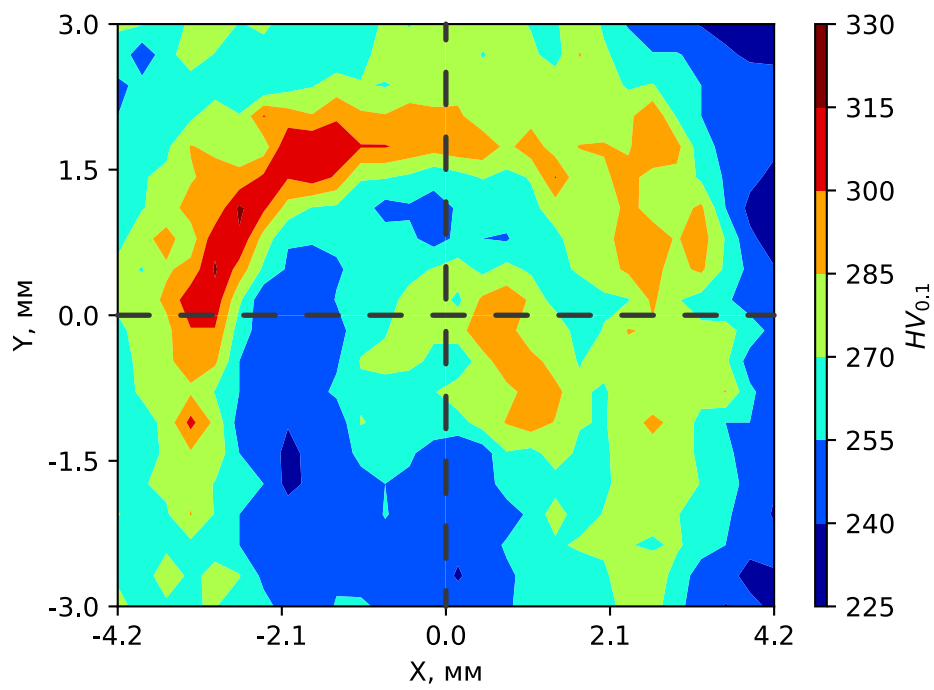


Рисунок 3.16 — Распределение микротвердости по плоскости диска, деформированного КВД. Перекрестие соответствует центру диска

3.3 Особенности структурных преобразований при высокоскоростной пластической деформации α -титана

Анализ материалов, представленных в литературном обзоре, позволяет сделать вывод о том, что объем структурных исследований титана и сплавов на его основе существенно меньше по сравнению со сплавами на основе железа и алюминия. Соответственно, поведение титановых сплавов в условиях высокоскоростного нагружения изучено гораздо в меньшей степени. Как отмечалось в разделе 1.3, высокоскоростная пластическая деформация материалов существенно отличается от квазистатической. По этой причине материалы, деформированные с разной скоростью, также отличаются друг от друга по строению и свойствам.

Одной из особенностей структуры материалов, подвергнутых высокоскоростной деформации, является ее неоднородность. При этом микрообъемы материала, вблизи соударяемых поверхностей преобразуются с существенно большими скоростями и степенями деформации, по сравнению с зонами, расположенными на значительном удалении от поверхности взаимодействия тел. Один из наиболее широко распространенных способов оценки поведения материалов при их высокоскоростном соударении основан на использовании теста Тейлора. При его выполнении цилиндрический образец соударяется с высокопрочной стенкой, деформируясь при этом. Конечная форма образца определяется условиями соударения и свойствами материала и может изменяться в широком диапазоне.

Структура деформируемого образца в различных его зонах существенно неоднородна. Для того, чтобы охарактеризовать особенности формируемой микроструктуры и проанализировать последовательность её эволюции в ходе соударения часто используют метод просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). Однако для полного понимания процессов, происходящих при реализации теста Тейлора, требуется подготовка большого количества объектов, что обусловлено упомянутой выше неоднородностью структуры образца. Следует также подчеркнуть, что метод ПЭМ является чрезвычайно трудоёмким способом анализа структуры неоднородно деформированных материалов. В данном разделе предлагается подход, обеспечивающий возможность подробной характеристики дислокационной структуры образцов, подвергнутых тесту Тейлора, с использованием метода, основанного на сканировании среза объекта синхро-

тронным пучком. Предложенный подход позволяет за короткое время получать множество дифракционных картин и строить поля распределения структурных параметров микроструктуры по сечению деформированных образцов. В данной работе этот подход был опробован на примере образца технически чистого титана.

Для более детального понимания природы пластического течения и особенностей формирования микроструктуры материала при соударении с неподвижной преградой полученные экспериментально данные сравнивались с результатами математического моделирования процесса пластической деформации. Для проведения расчетов была использована модель, описанная в разделе 2.1.3.

На рисунке 3.17 показано изменение осевых напряжений в цилиндрическом стержне (σ_{xx}). Момент соударения с неподвижной преградой сопровождается стремительным нарастанием сжимающих напряжений, значения которых в момент времени 0,6 мкс превышают 4 ГПа. На стадии, соответствующей 1,51 мкс, максимальное значение сжимающих напряжений уменьшается почти в два раза. Вплоть до 2,58 мкс в стержне присутствуют области высокой концентрации как сжимающих, так и растягивающих напряжений. Обусловлено это особенностями отражения волн сжатия от цилиндрических поверхностей образца в виде так называемых боковых волн разгрузки. Таким образом, вблизи поверхности контакта в начальные моменты времени материал подвергается поочередному воздействию сжимающих и растягивающих напряжений.

На следующих стадиях нагружения деформационные процессы стабилизируются: волна положительных напряжений постепенно продвигается к противоположному торцу образца и достигает его через 14,66 мкс. В течение этого времени продолжается пластическая деформация цилиндра вблизи зоны соударения, результатом которой является формирование грибообразной (англ. «*mushroomhead*») формы стержня. В результате взаимодействия волн растяжения и сжатия в цилиндре формируется сложное, изменяющееся во времени поле напряжений. Область сжимающих напряжений постепенно удаляется от поверхности соударения тел и примерно к 100 мкс она достигает середины цилиндра.

На рисунке 3.18 показано распределение давления в титановом цилиндре во временных точках, аналогичных рисунку 3.17. Следует отметить, что участки стержня в различные моменты времени могут быть подвержены действию

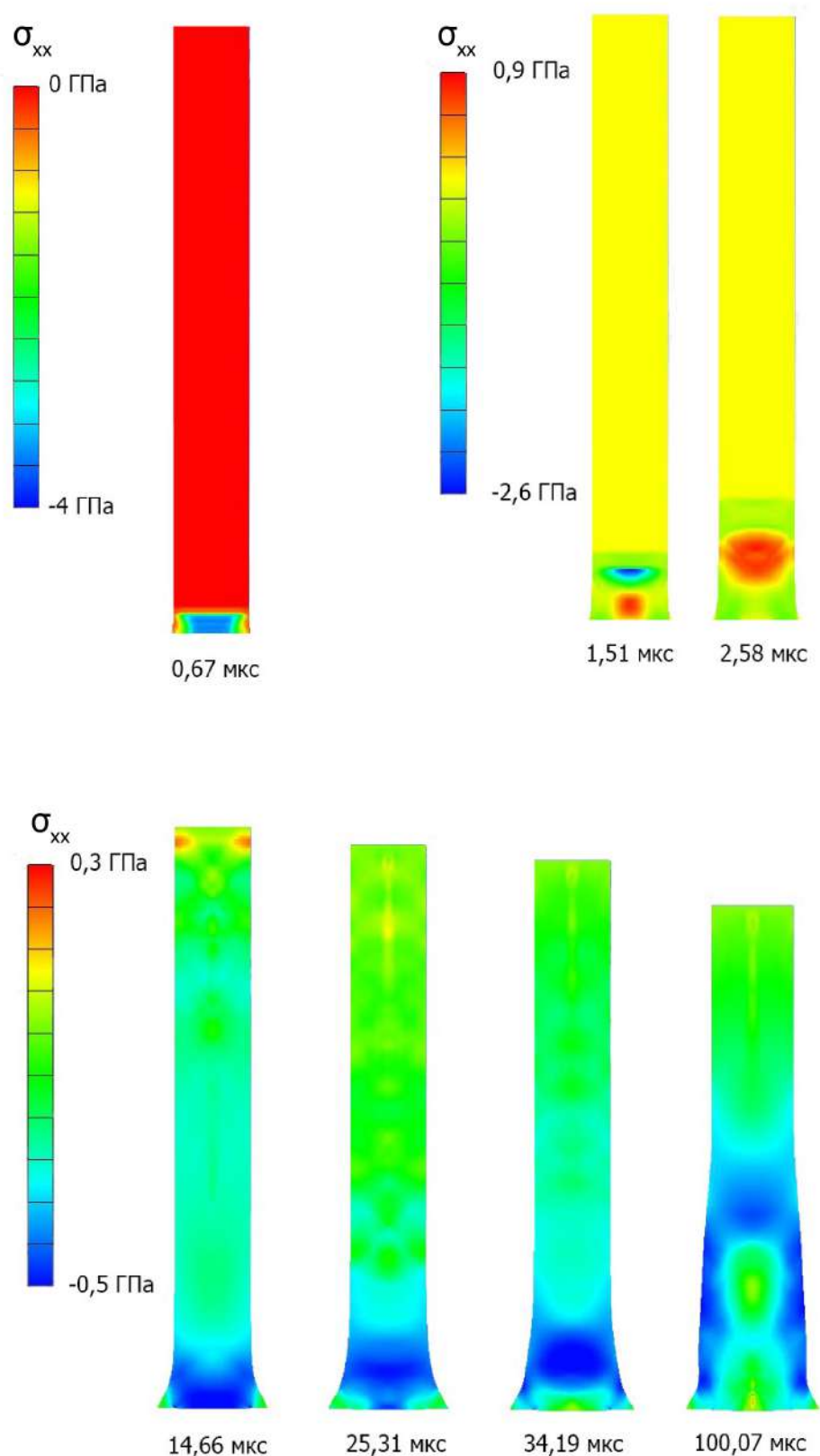


Рисунок 3.17 — Значения напряжений вдоль оси стержня (σ_{xx}), возникающих в процессе его высокоскоростного соударения с неподвижной преградой. (Пределы шкал были адаптированы для разных моментов времени с целью лучшего восприятия изменений напряжений в процессе соударения)

как положительных, так и отрицательных значительных по величине давлений. На начальном этапе соударения (0,67 мкс - 2,58 мкс) значения давления находятся в диапазоне от -0,9 ГПа до 3,9 ГПа. В дальнейшем они снижаются до нескольких десятков МПа, а область высоких давлений, возникших в начале цилиндра, перемещается к его противоположному торцу.

На рисунке 3.19 отражен характер изменения скоростей пластической деформации титанового стержня в процессе высокоскоростного соударения (области, соответствующие значениям ниже 5 с^{-1} на контурной диаграмме выделены серым цветом). В начальный момент соударения локальные скорости деформации превышают 10^5 с^{-1} . Наиболее высокие значения $\dot{\epsilon}_{eff}$ зафиксированы вблизи зоны удара на участках сопряжения торцевой и цилиндрической поверхностей цилиндра. При дальнейшем распространении ударной волны по цилиндру скорость деформации уменьшается. Однако область наибольших её значений не меняется в течение первых нескольких микросекунд и фиксируется вблизи периферии переднего торца цилиндра. После ~ 25 мкс максимальное значение скорости деформации уменьшается до $0,3 \cdot 10^4 \text{ с}^{-1}$, а область ее наибольших значений смещается к центру цилиндра.

Неравномерное развитие процессов, представленных на рисунке 3.19, приводит к тому, что деформация по объему анализируемого стержня распределяется также неравномерно. Рисунок 3.20 дает представление об уровне эффективной пластической деформации на различных этапах нагружения материала. Неравномерность ее накопления характерна для начала эксперимента. В дальнейшем такой характер деформации сохраняется - на фронте распространяющейся деформационной волны значения пластической деформации выше вблизи цилиндрической поверхности и несколько ниже в осевой зоне. Это приводит к тому, что уже после 50 мкс на расстоянии примерно 10 мм от торца цилиндра образуется зона, характеризующаяся более низкими значениями эффективной пластической деформации, чем в окружающей ее области (показано стрелками на рисунке 3.20). Таким образом, по окончании эксперимента вблизи переднего торца образуется зона менее деформированного по сравнению с окружающим ее объемом материала. В дальнейшем будет показано, что данная зона успешно фиксируется дифракционными методами исследования, поскольку её дислокационная структура отличается от окружающих объёмов материала.

Следует отметить, что отмеченные выше зоны возникают не всегда: их появление связано с отношением L/D , где L - длина цилиндра, D - его диаметр.

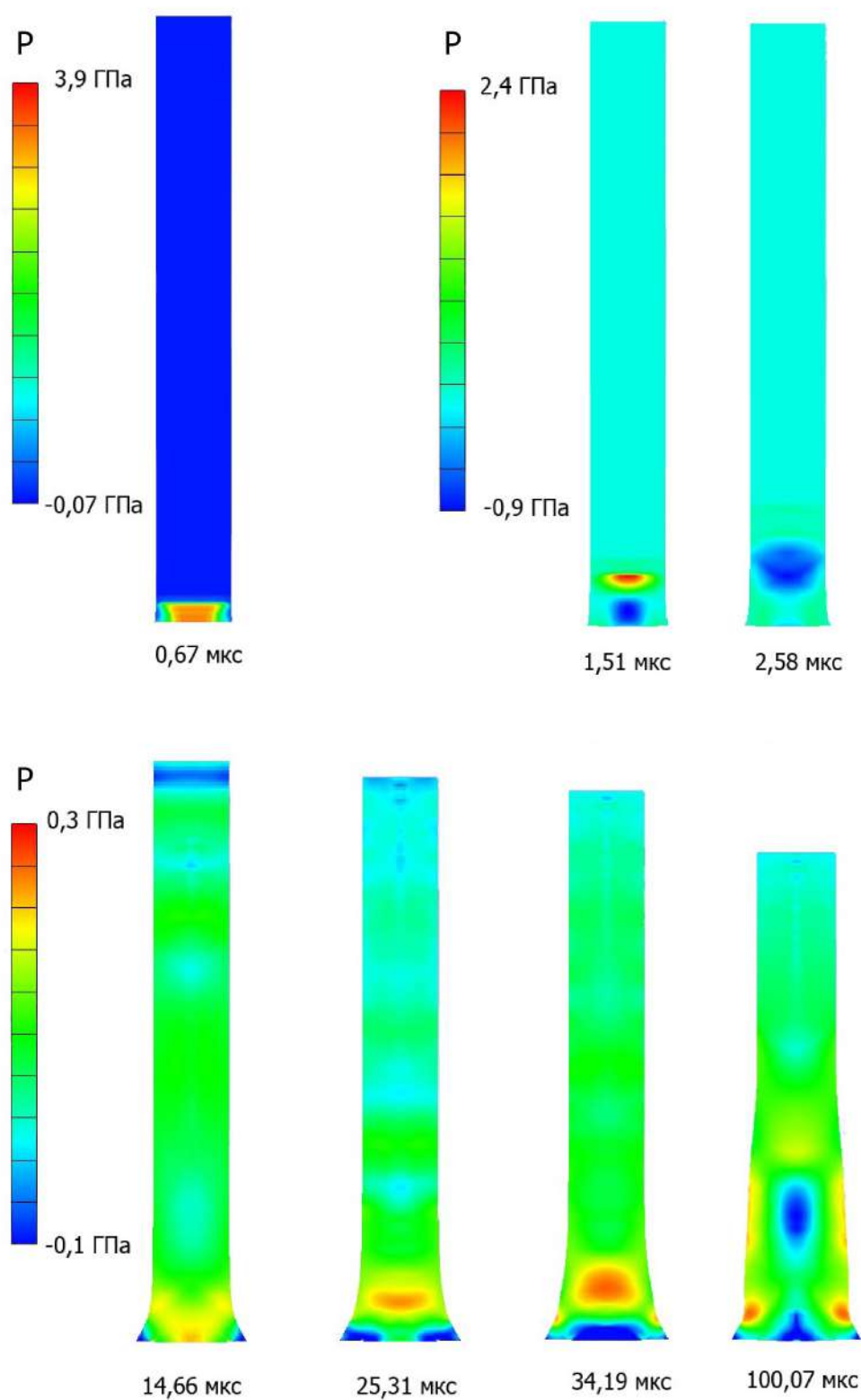


Рисунок 3.18 — Изменение давления (p) в титановом стержне при высокоскоростном соударении со стальной преградой в различные моменты времени

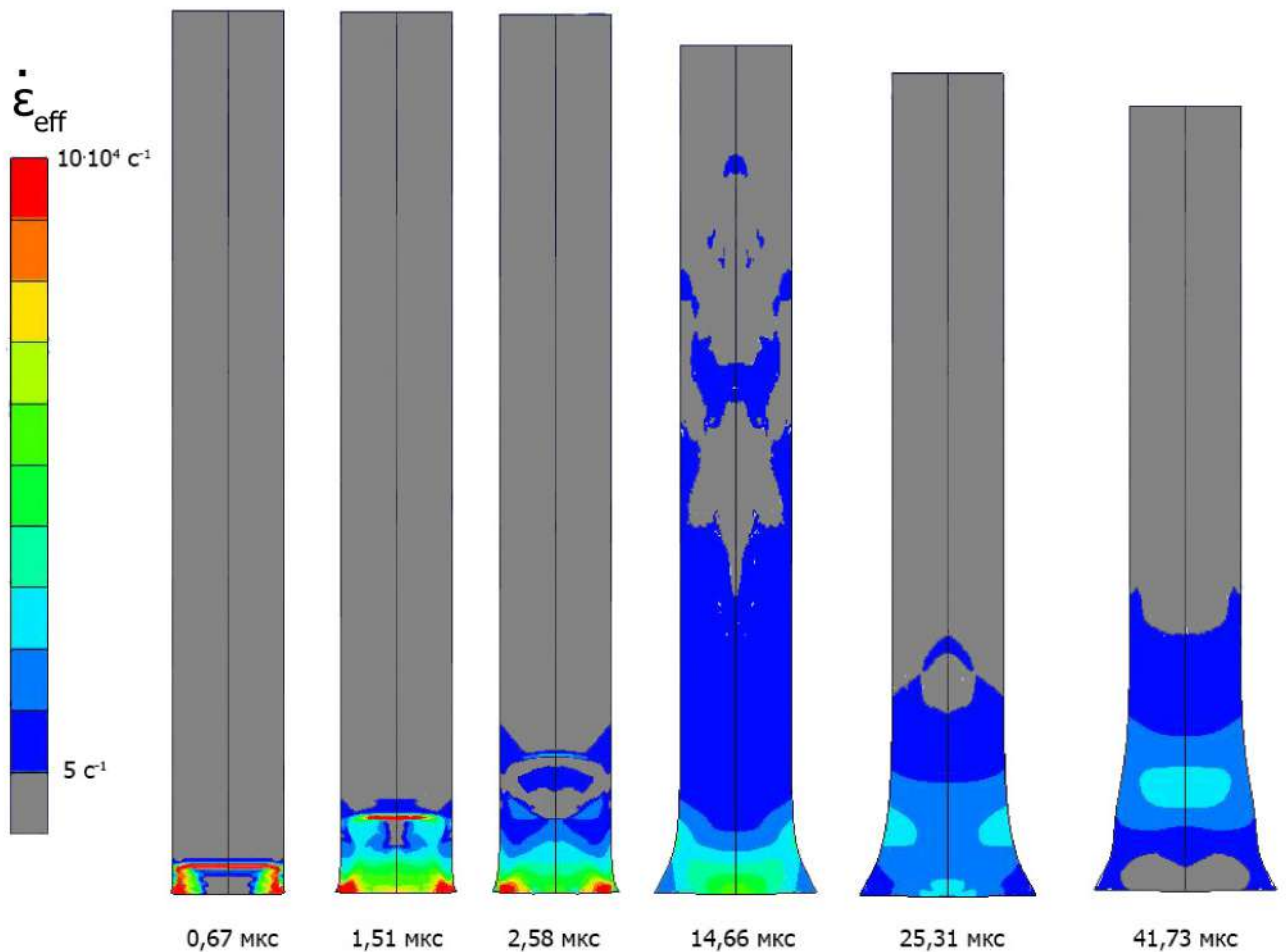


Рисунок 3.19 — Характер изменения значений скорости пластической деформации ($\dot{\epsilon}_{eff}$) в титановом стержне во время высокоскоростного соударения с неподвижной преградой

Для демонстрации этого утверждения было проведено несколько дополнительных симуляций процесса соударения при соотношениях L/D , равных 2/1; 2,5/1; 3/1; 3,5/1; 4/1; 8/1 ; 12/1. Значение $L/D = 8/1$ соответствует соотношению, реализованному при проведении физического эксперимента. Распределение значений эффективной пластической деформации для данной серии расчетов представлено на рисунке 3.21. Можно отметить, что области, характеризующиеся пониженной степенью пластической деформации, формируются при соотношениях $L/D = 3,5/1$; 4/1; 8/1; 12/1. При более низких соотношениях геометрических параметров подобные зоны не возникают.

Расчеты показали, что при соотношении $L/D = 8/1$ пластическая деформация в начальный момент времени развивается быстрее вблизи цилинд-

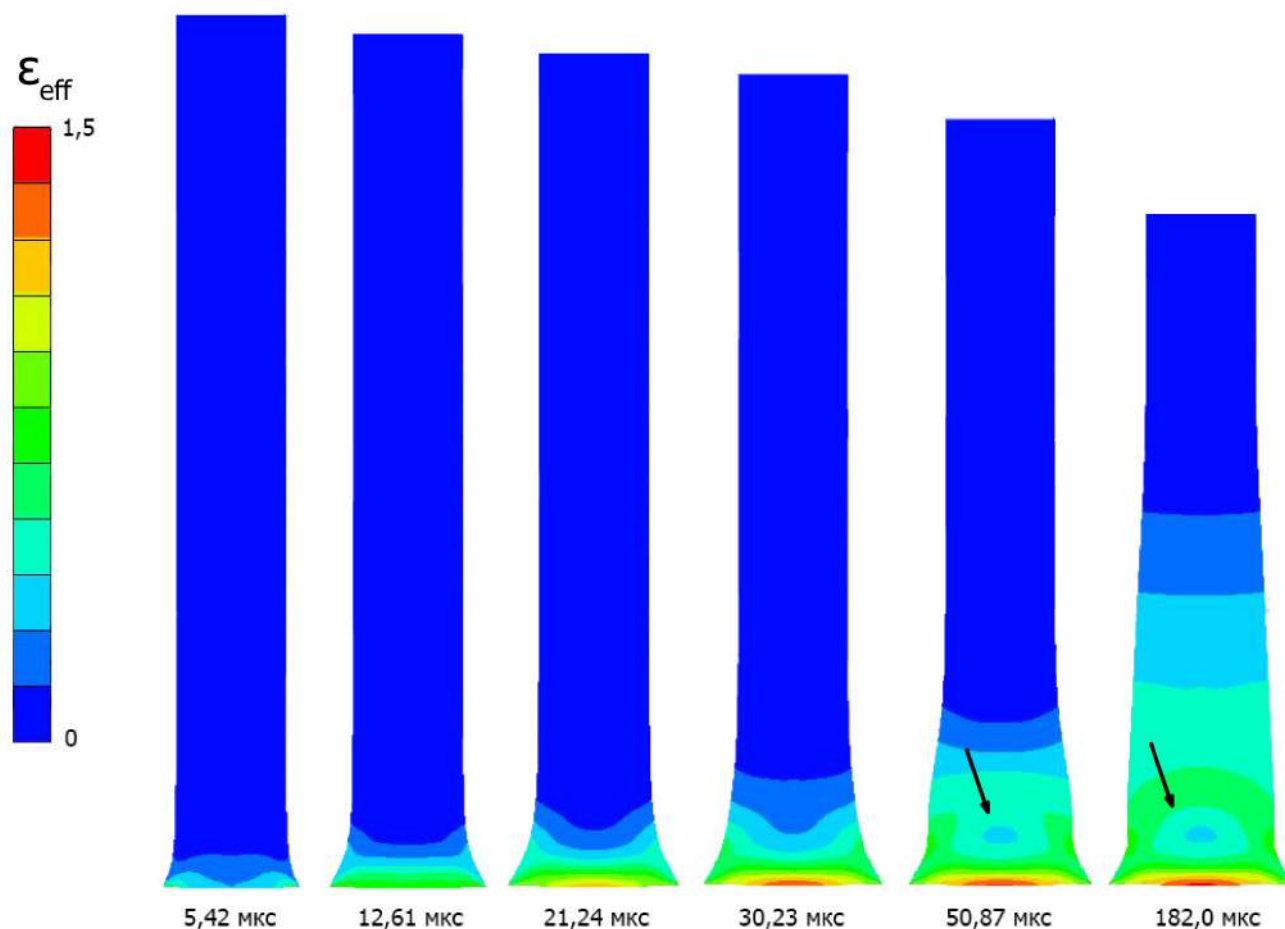


Рисунок 3.20 — Характер изменения эффективной пластической деформации (ϵ_{eff}) в титановом стержне при высокоскоростном соударении с неподвижной стальной преградой

дрической поверхности. Результатом проявления этой особенности является формирование «бочкообразной» формы стержня. Визуально отмеченный эффект проявляется в том, что между грибообразной «головой» и основной частью стержня возникает перешеек (показано стрелками на рисунке 3.21). Присутствие данного артефакта более заметно в моделях с соотношением $L/D = 8/1$ и $12/1$.

Появление и развитие «бочкообразной» формы стержня напрямую связано с особенностями взаимодействия первоначальной волны сжатия и волн боковой разгрузки внутри цилиндра. На рисунке 3.22 показано распределение напряжений σ_{tt} в деформированном цилиндре на разных этапах нагружения. В момент времени 11,72 мкс при движении деформационной волны от переднего торца цилиндра к заднему наибольшие положительные напряжения σ_{tt} наблю-

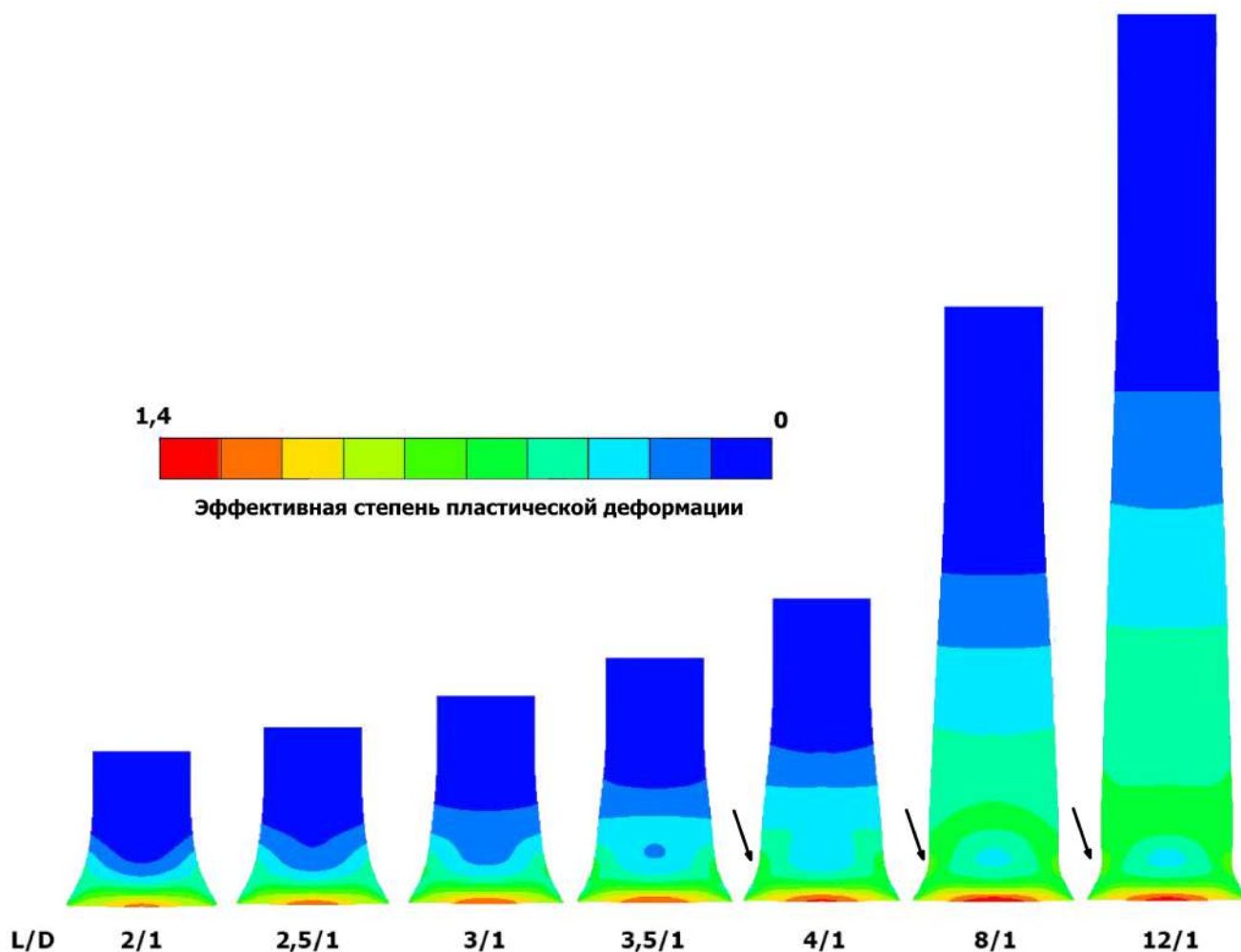


Рисунок 3.21 — Поле распределения эффективной степени пластической деформации в титановых стержнях с различным соотношением L/D

даются в зоне, близкой к поверхности соударения. Однако сложный характер взаимодействия деформационных волн, отраженных от различных частей образца, является причиной перераспределения напряжений. Уже к 27,08 мкс вблизи переднего торца формируется область с наибольшими положительными напряжениями σ_{tt} . Дальнейшее взаимодействие деформационных волн (34,88 мкс и 44,02 мкс) приводит к тому, что на периферии цилиндра появляются области положительных напряжений σ_{tt} , отделенные друг от друга областями с отрицательными значениями σ_{tt} . На следующих этапах нагружения эти области продвигаются к середине стержня, продолжая изменяться и образуя новую зону с высокими положительными напряжениями σ_{tt} вблизи оси стержня (61,15 мкс и 80,55 мкс). Образование перешейка связано с высокими положительными значениями σ_{tt} между грибовидной «головой» и основной частью стержня.

Согласно результатам оптической металлографии (рисунок 3.23) пластическая деформация стержня в области, близкой к поверхности соударения,

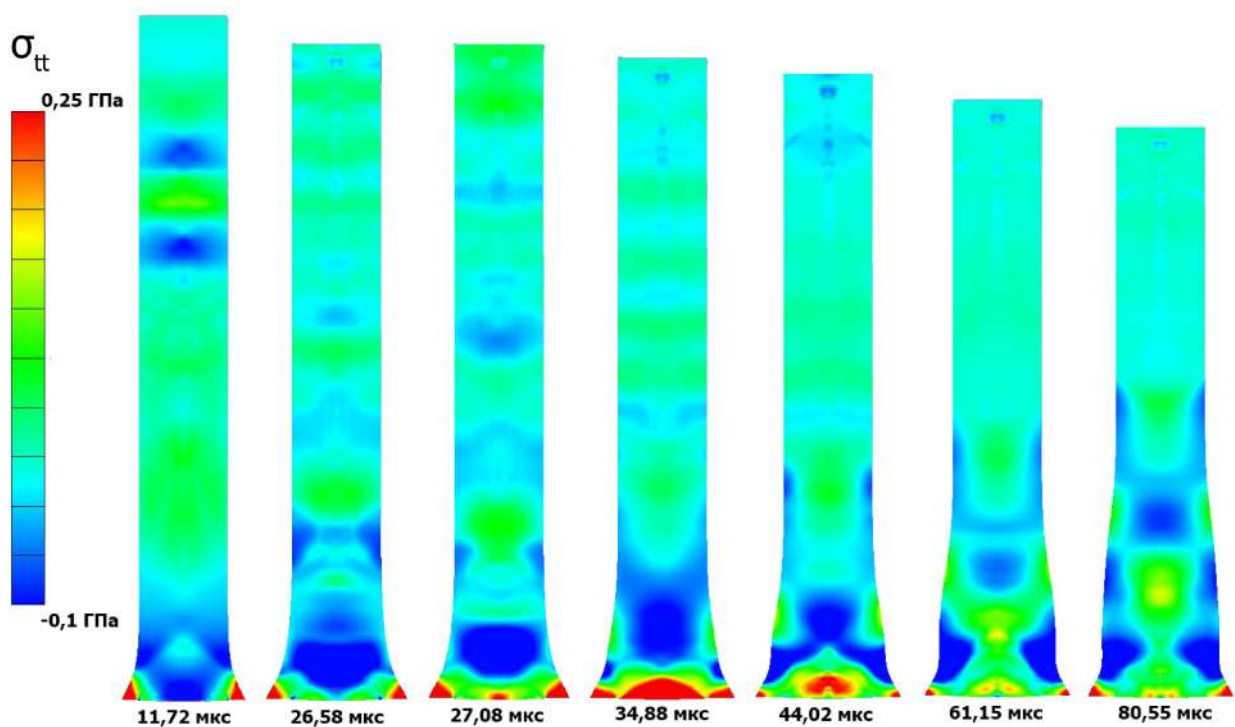
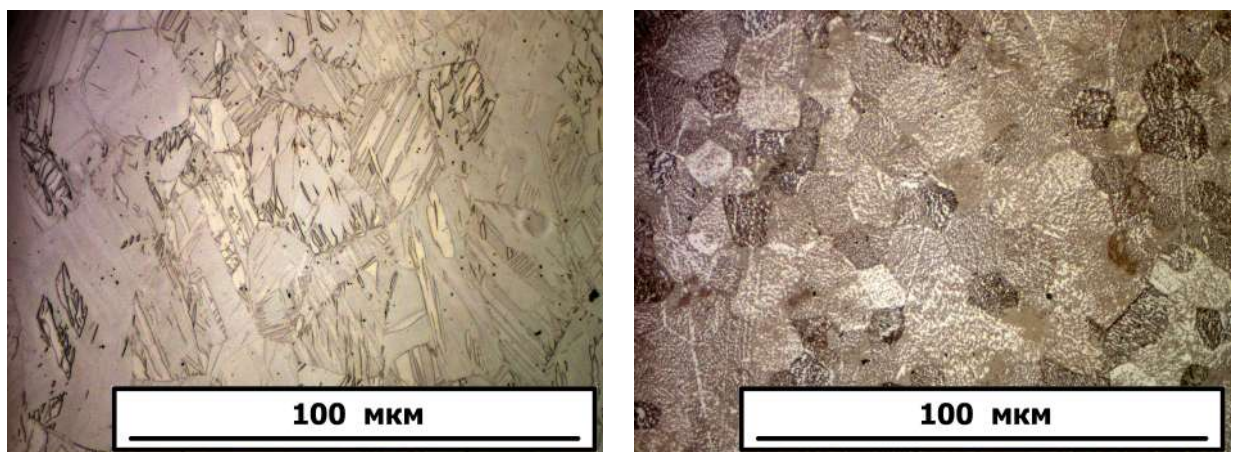


Рисунок 3.22 — Распределение суммарных значений напряжений (σ_{tt}) в титановом стержне при высокоскоростном соударении со стальной преградой



(а)

(б)

Рисунок 3.23 — Структура титанового стержня в области, близкой к переднему (а) и заднему (б) торцу

сопровождается образованием множества двойников и изменением формы зерен, тогда как вблизи заднего торца стержня структура материала по окончании деформации характеризуется присутствием равноосных зерен α -титана.

Дифракционное картирование продольного среза титанового стержня позволило провести анализ распределения структурных параметров по его сечению после высокоскоростного соударения. На рисунке 3.24 приведены данные о средних размерах ОКР ($\langle x_{area} \rangle$), плотности дислокаций (ρ), радиусе области

упругих искажений (R_e) и постоянной Вилкенса (M), определенных методами мВХ и мУА.

Из представленных данных следует, что зона, расположенная вблизи переднего торца цилиндра, характеризуется наименьшими размерами ОКР и наибольшей плотностью дислокаций. В этой же зоне зафиксирован наименьший радиус области упругих искажений вокруг дислокаций. В то же время, значения параметра Вилкенса в ударной области не отличаются от его значений в середине цилиндра. Это свидетельствует о том, что на расстоянии примерно до 50 мм от переднего торца цилиндра формируется равномерная ячеистая дислокационная структура. Однако, на расстоянии более 50 мм от поверхности соударения наблюдается рост параметра Вилкенса, свидетельствующий о формировании разупорядоченной дислокационной структуры.

Следует отметить, что минимальные размеры ОКР зафиксированы в приосевой зоне титанового стержня, тогда как наибольшая плотность дислокаций выявлена вблизи поверхности соударения тел и на периферийных участках (вблизи цилиндрической поверхности). Структурные преобразования такого типа определяются описанными выше особенностями распространения пластических волн, инициируемых при соударении цилиндрического стержня с неподвижной преградой.

Наиболее полное представление о дислокационной структуре исследуемого материала можно получить, анализируя распределение дислокаций с различными векторами Бюргерса. На рисунке 3.25 представлено относительное распределение дислокаций, а также распределение их плотности, выявленное совмещением методов мВХ и мУА. Следует отметить, что дислокационная структура исследуемого материала представлена преимущественно низкоэнергетическими дислокациями типа $\langle a \rangle$. Их максимальная относительная доля составляет $\approx 63\%$, тогда как доля дислокаций типов $\langle c \rangle$ и $\langle c + a \rangle$ составляет 24 и 18 % соответственно.

Несмотря на тот факт, что распределение общей плотности дислокаций с различными векторами Бюргерса по сечению цилиндра примерно совпадает (рисунок 3.25), их относительное распределение различается. Количество низкоэнергетических дислокаций с вектором Бюргерса \vec{b}_a в некоторых приосевых зонах примерно на 5% выше, чем по его краям. В то же время относительные доли средне- и высокоэнергетических дислокаций с векторами Бюргерса \vec{b}_c и \vec{b}_{ca} вблизи цилиндрической поверхности выше, чем вдоль его оси. Однако вбли-

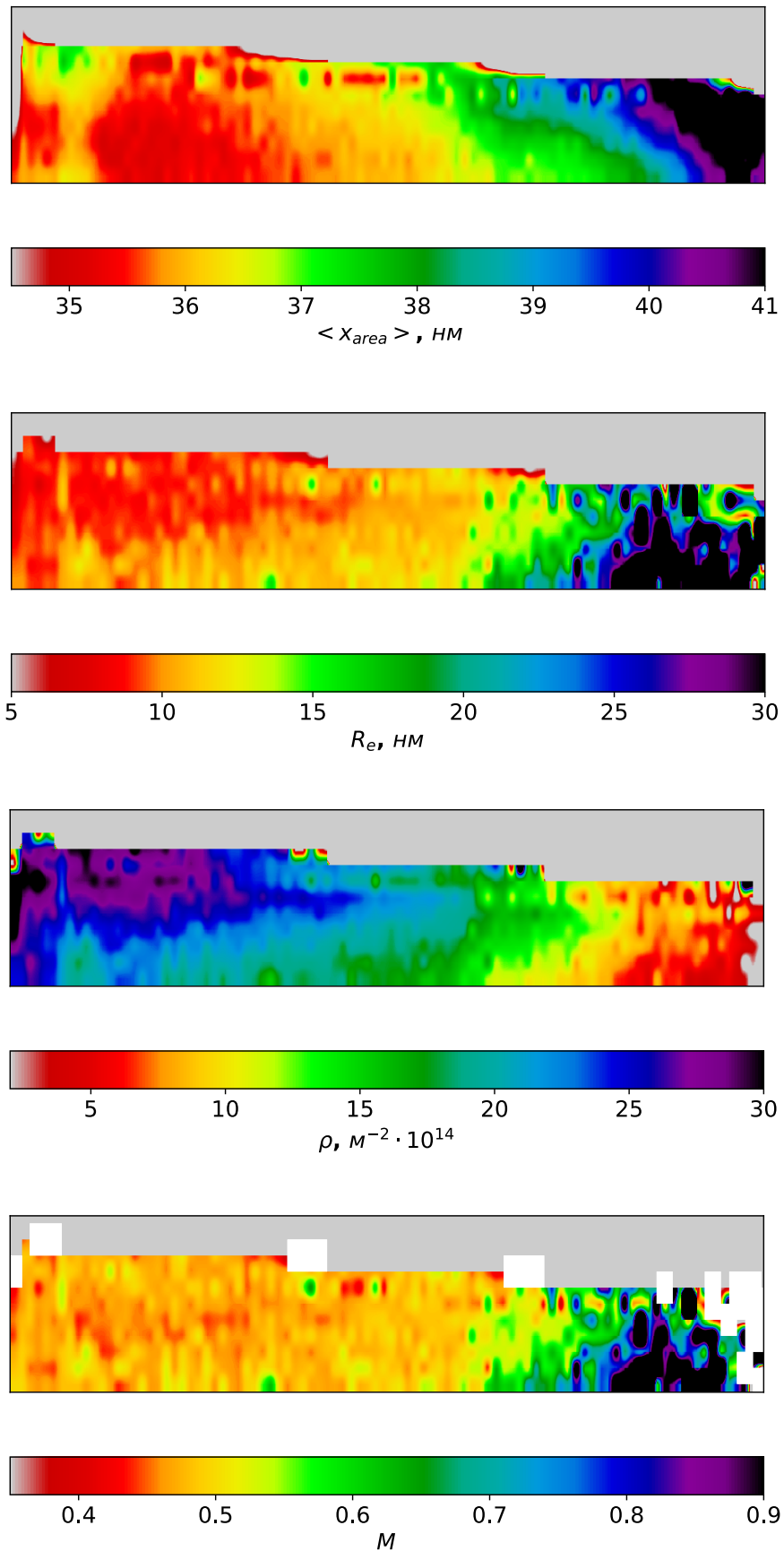


Рисунок 3.24 — Результаты структурных исследований продольного среза стержня методами мВХ и мУА

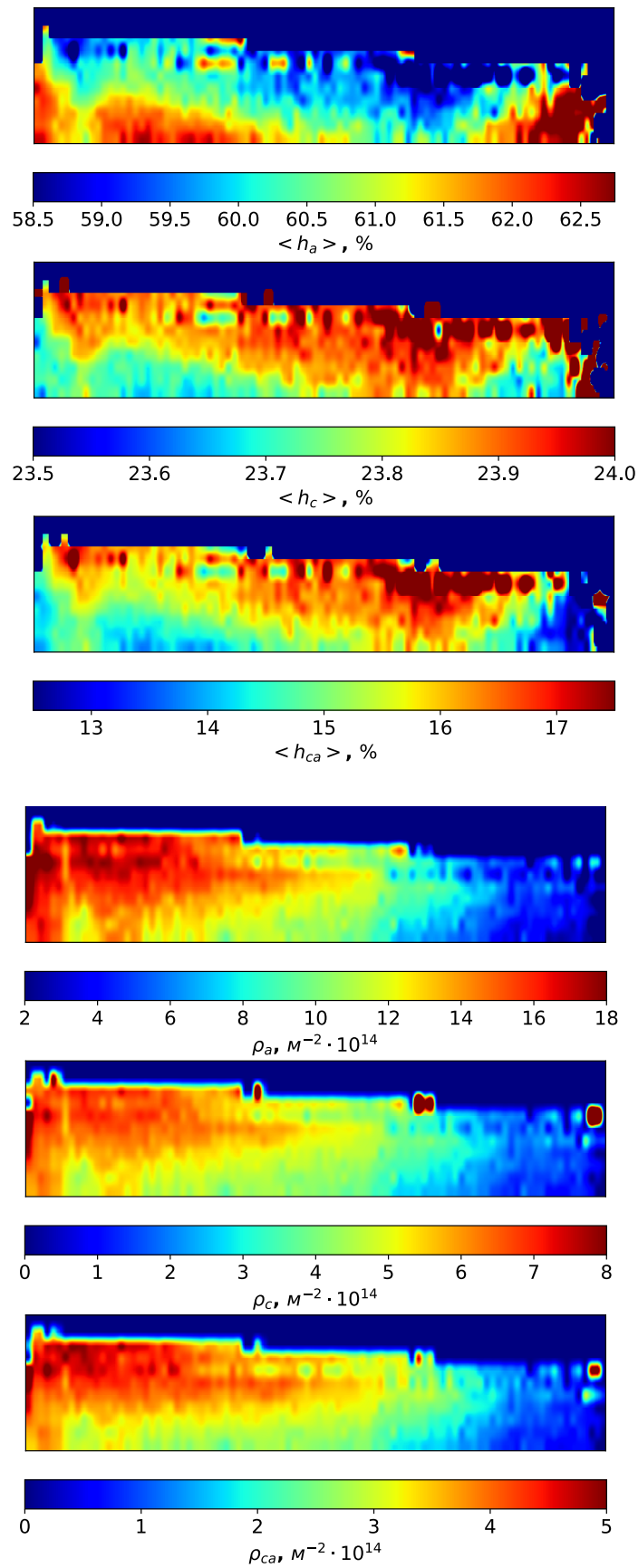


Рисунок 3.25 — Относительное распределение дислокаций различных типов и плотности дислокаций с векторами Бюргерса $\vec{b}_a; \vec{b}_c; \vec{b}_{ca}$

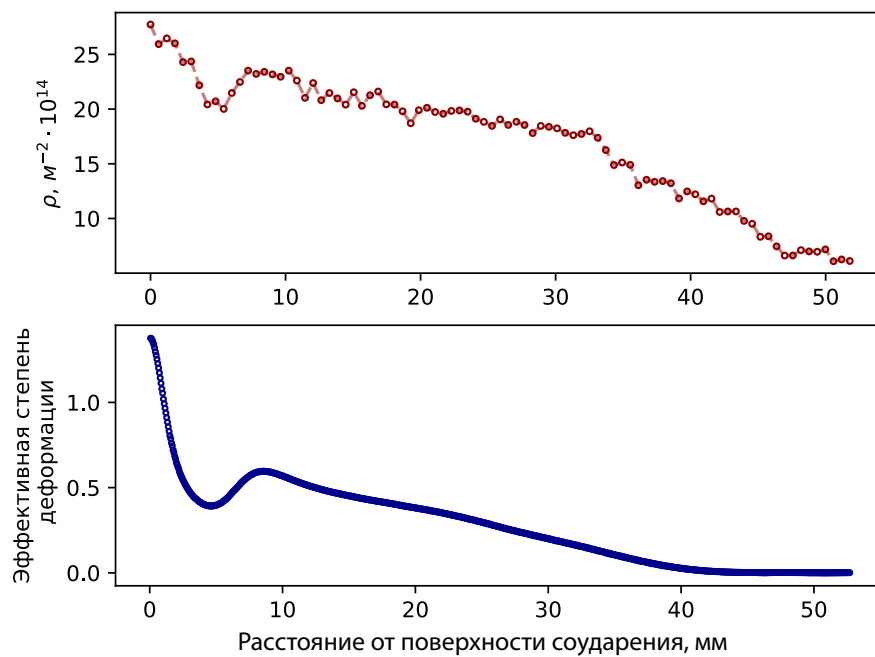


Рисунок 3.26 — Распределения измеренной плотности дислокаций и рассчитанной методом математического моделирования эффективной пластической деформации вдоль оси цилиндра

зи заднего торца цилиндра ситуация меняется - относительная доля низко- и среднеэнергетических дислокаций в этой зоне возрастает.

Весьма важным представляется тот факт, что область, которой соответствует пониженная пластическая деформация, зафиксированная методом математического моделирования, выявляется также и структурным анализом среза стержня. Об этом свидетельствует рисунок 3.26, на котором представлено распределение плотности дислокаций, построенное по результатам обработки данных дифракции синхротронного излучения и приведен профиль эффективной пластической деформации. Таким образом, рентгеноструктурные исследования полностью согласуются с результатами математического моделирования.

Картирование микротвердости (рисунок 3.27) по срезу деформированного стержня показало, что ее значения уменьшаются от начала к концу цилиндра, что полностью соответствует как результатам математического моделирования, а также результатам, полученным методом дифракции синхротронного излучения структурным исследованиям.

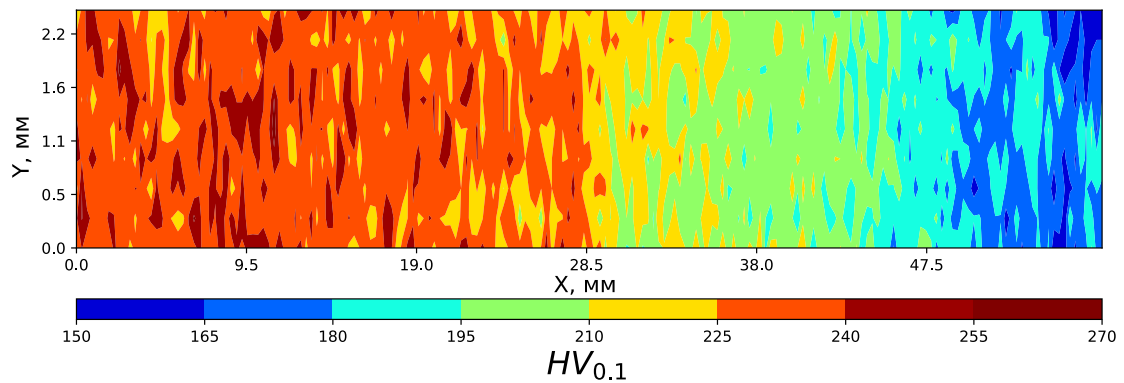


Рисунок 3.27 — Контурная диаграмма микротвердости, соответствующая продольному срезу титанового стержня

Выводы по главе 3

1. На примере процессов холодной прокатки, динамического нагружения и кручения под высоким давлением показаны достоинства методов изучения дислокационной структуры титановых сплавов, основанных на дифракции синхротронного излучения. Наиболее важными из них являются высокая точность результатов исследований, малая длительность, возможность использования в режиме *in-situ*. Полученные результаты свидетельствуют о широких перспективах применения этих методов при анализе структурных преобразований, происходящих при реализации технологических процессов, используемых в современном машиностроительном производстве. Сочетание методов дифракции синхротронного излучения и математического моделирования является эффективным подходом к повышению точности структурных исследований и обоснованию структурных изменений, происходящих в течение коротких промежутков времени.

2. Показано, что наиболее эффективный подход к оценке дислокационной структуры холоднокатанного титана марки ВТ1-0 основан на использовании метода профильного анализа данных дифракции рентгеновского излучения с учетом влияния анизотропии упругих искажений решетки вокруг дислокаций на форму дифракционных максимумов. Применение классических методов профильного анализа, в том числе, учитывающих анизотропию упругих свойств без принятия во внимание роли дислокаций, приводит к существенно бóльшим погрешностям анализа.

3. С использованием метода дифракции синхротронного рентгеновского излучения показано, что процесс холодной прокатки отожженного титана марки ВТ1-0 до эффективной степени деформации 57 % сопровождается ростом плотности дислокаций от $5 \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$ до $35 \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$. При этом пластическая деформация не приводит к изменению относительного содержания дислокаций, различающихся векторами Бюргерса – при всех степенях обжатия в материале доминируют низкоэнергетические дислокации с вектором Бюргерса \vec{b}_a .

4. Путем сканирования синхротронным рентгеновским пучком вдоль диаметра диска из α' -титанового сплава $Ti_{13}Nb_{13}Zr$, деформированного методом кручения под высоким давлением, установлено, что в его центральной области формируется зона, характеризующаяся наличием β - и ω -фаз, а также повышенной плотностью дислокаций в α' -фазе по сравнению с периферийной областью образца. Распределение фаз и плотности дислокаций в интенсивнодеформированном материале оказывает существенное влияние на показатели его микротвердости.

5. С использованием подхода, основанного на сканировании синхротронным пучком среза стержня из технически чистого титана, подвергнутого высокоскоростному удару о стальную преграду, выявлены особенности неоднородного распределения дефектов кристаллического строения в объеме образца. Установлено, что при соотношении длины стержня к диаметру более 3,5 вблизи его торца формируется замкнутая область с пониженной плотностью дислокаций, причина появления которой обусловлена интерференцией деформационных волн, распространяющихся в образце. Возможность формирования данных областей подтверждена результатами математического моделирования.

Глава 4 СТРУКТУРНЫЕ ПРЕОБРАЗОВАНИЯ, ОБУСЛОВЛЕННЫЕ НАГРЕВОМ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ

Дислокационная структура материалов в процессе нагрева претерпевает существенные изменения. Как отмечалось в разделе 1.4 нагрев деформированных металлических материалов сопровождается процессами возврата, полигонизации и рекристаллизации. Эти процессы оказывают существенное влияние на комплекс механических свойств сплавов.

Имеющиеся в литературе данные о полигонизации и рекристаллизации относятся в основном к сплавам меди, алюминия и железа. Особенности изменения дислокационной структуры титановых сплавов после деформации и нагрева встречаются в литературе гораздо реже. В то же время, эти процессы имеют принципиальное значение для сплавов на основе титана, работающих в условиях высоких температур (например, сплавов для лопаток турбин). Кроме того, необходимость контроля структуры возникает при производстве титановых полуфабрикатов методами пластической деформации в холодном или горячем состояниях.

В данной главе рассмотрены преобразования структуры титановых сплавов при их нагреве после холодной деформации индукционным методом.

4.1 Преобразование дислокационной структуры в процессе отдыха и полигонизации α -титана

Как отмечалось в разделе 1.7.1, титан при температуре 882,5 °С претерпевает фазовое превращение, сопровождающееся сменой кристаллической решетки $P6_3/mmc$ (α -фаза) на $Im\bar{3}m$ (β -фаза). Однако, наличие в титане технической чистоты примесей является причиной того, что фазовый переход $\alpha \rightarrow \beta$ начинается уже при температуре ~ 540 °С. Превращение такого типа было зафиксировано на дифракционной карте, полученной в процессе нагрева образца со структурой α -титана (рисунке 4.1). Именно с этой температуры становится заметным пик (110) β -фазы титана, «отщепляющийся» от пика (10.1) α -фазы. Следует отметить, что образование β -фазы сопровождается отклонением зависимости «длина образца - температура» от линейного вида.

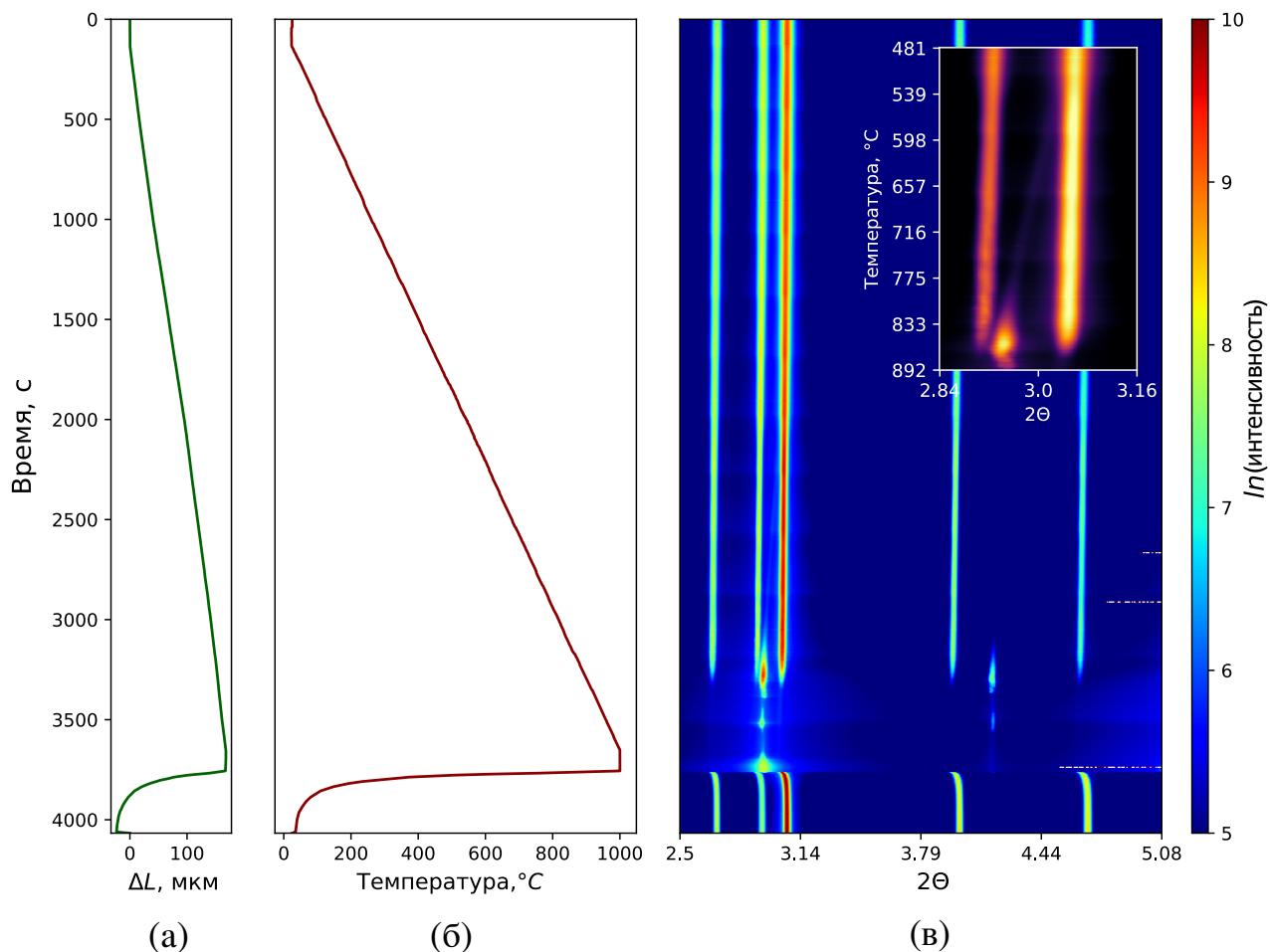
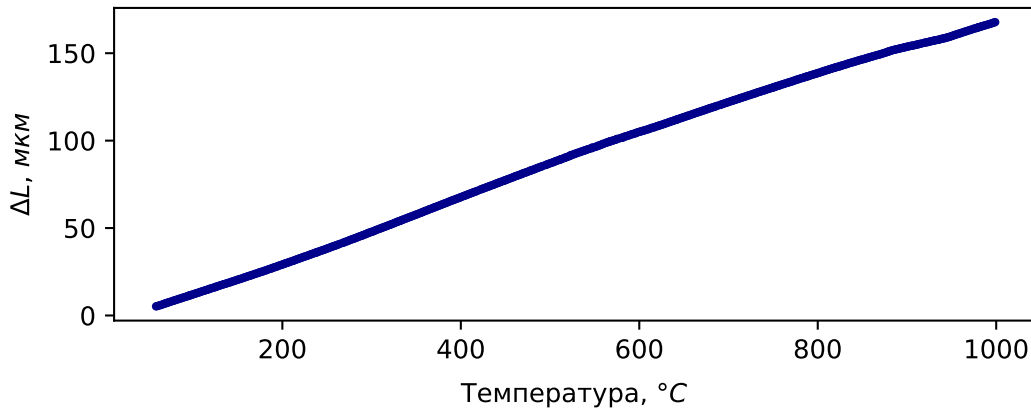


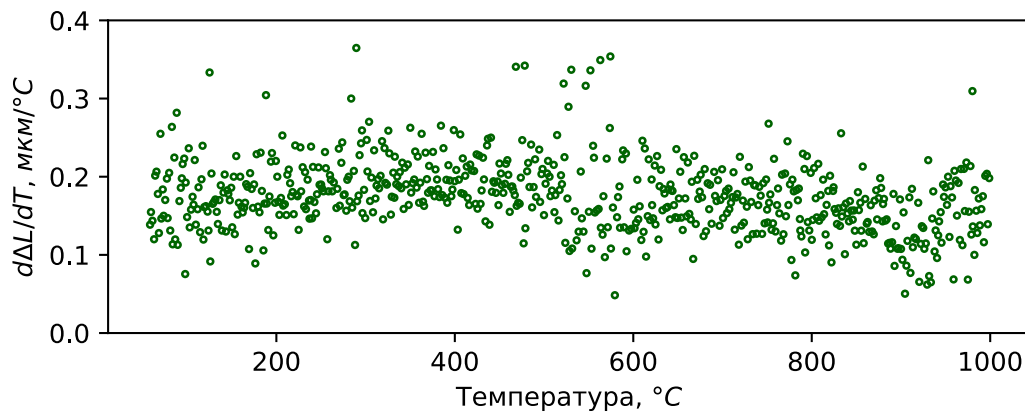
Рисунок 4.1 — Изменение длины образца (а), его температуры (б), а также дифракционная карта (в), зарегистрированная в процессе нагрева титана. На врезке отдельно обозначен участок начала выделения β -фазы

На рисунке 4.2 показан характер изменения длины образца, а также скорость изменения его длины с ростом температуры. Анализ полученных результатов позволяет сделать вывод о том, что прирост значений $d\Delta L/dT$ при температуре нагрева ~ 400 $^{\circ}\text{C}$ прекращается. При последующем повышении температуры величина этого параметра снижается от $\sim 0,2$ до $0,13$. Таким образом, фазовое превращение $\alpha \rightarrow \beta$ снижает скорость удлинения образца при его нагреве.

Начиная с температуры ~ 900 $^{\circ}\text{C}$ интенсивность всех рефлексов существенно понижается. Дифракционные пики α -фазы на карте отсутствуют вплоть до охлаждения материала ниже температуры $\alpha \rightarrow \beta$ превращения. Однако, меняются также интенсивности дифракционных максимумов (110) и (211) β -фазы титана. Их значения существенно возрастают лишь вблизи 975



(а)



(б)

Рисунок 4.2 — Изменение длины образца ΔL (а) и скорости изменения длины при изменении температуры $d\Delta L/dT$ (б) в диапазоне температур от 100 до 1000 °C

°C. Данное явление связано, вероятно, со структурным преобразованием зерен β -фазы в процессе рекристаллизации сплава. Известно, что при повышенных температурах β -титан склонен к формированию крупнозернистой структуры, причем размер зерен этой фазы может составлять несколько сотен микрометров. Отмеченное обстоятельство следует учитывать, исходя из того, что размер пучка синхротронного излучения в экспериментах составлял $1 \times 1 \text{ мм}^2$. Из этого следует, что в зону анализа могло попадать лишь несколько крупных зерен. Можно полагать, что при нагреве образцов была сформирована крупнозернистая структура с такой текстурой, при которой ориентировка зерен β -фазы не удовлетворяла условию Вульфа - Брэгга для появления дифракционных максимумов. Однако в процессе дальнейшей собирательной рекристаллизации происходили преобразования, связанные с увеличением размеров зерен и

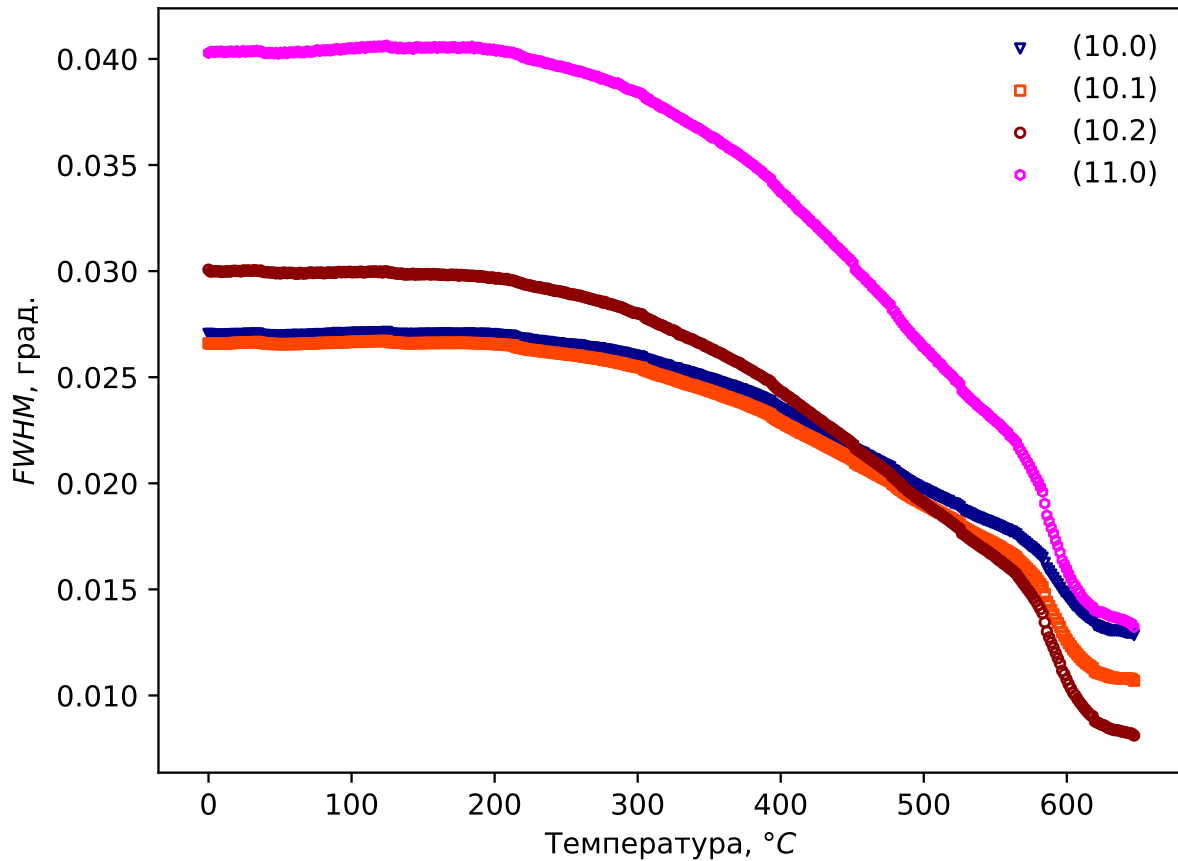


Рисунок 4.3 — Изменение ширины дифракционных максимумов (10.0); (10.1); (10.2) и (11.0) α -титана при индукционном нагреве деформированного образца формированием новых типов текстуры, что явилось причиной повышения интенсивности дифракционных максимумов в узком температурном интервале.

Помимо влияния на характер изменения длины образца, формирование β -фазы привело к изменению ширины дифракционных максимумов α -фазы. На рисунке 4.3 отражено изменение полуширины дифракционных максимумов α -титана при нагреве образца. Приведенные здесь значения были использованы в дальнейших расчетах структурных параметров. Можно отметить, что структурные преобразования при нагреве α -титана, также как и в случае β -титана, развиваются в несколько стадий. Одна из особенностей, зафиксированных при анализе рентгенограмм, заключается в том, что значения полуширины дифракционных максимумов значительно уменьшаются с началом выделения β -фазы.

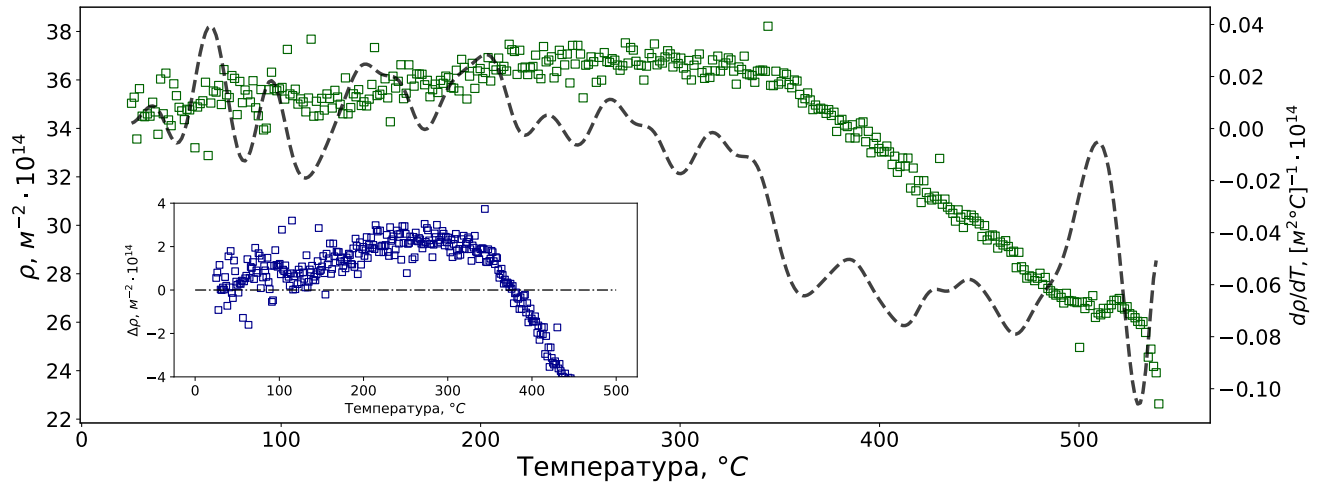
Анализ полученных данных показал (рисунок 4.4 а), что начальная стадия нагрева образца сопровождается увеличением плотности дислокаций в α -титане примерно на $3 \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$. Прирост плотности дислокаций в процессе нагрева про-

исходит на двух температурных интервалах: 25 - 100 и 130 - 280 °С. В диапазоне температур 100 - 130 °С, вероятно, имеет место аннигиляция дислокационных диполей, приводящая к уменьшению общей плотности дислокаций. Согласно анализу плотности дислокаций по векторам Бюргерса (рисунок 4.4 б) на интервале 100 - 130 °С аннигилируют дислокации с вектором \vec{b}_a , а прирост плотности дислокаций обусловлен увеличением количества с дислокаций с вектором \vec{b}_{ca} . Дальнейший прирост плотности полностью относится к дефектам, характеризующимся вектором Бюргерса \vec{b}_a .

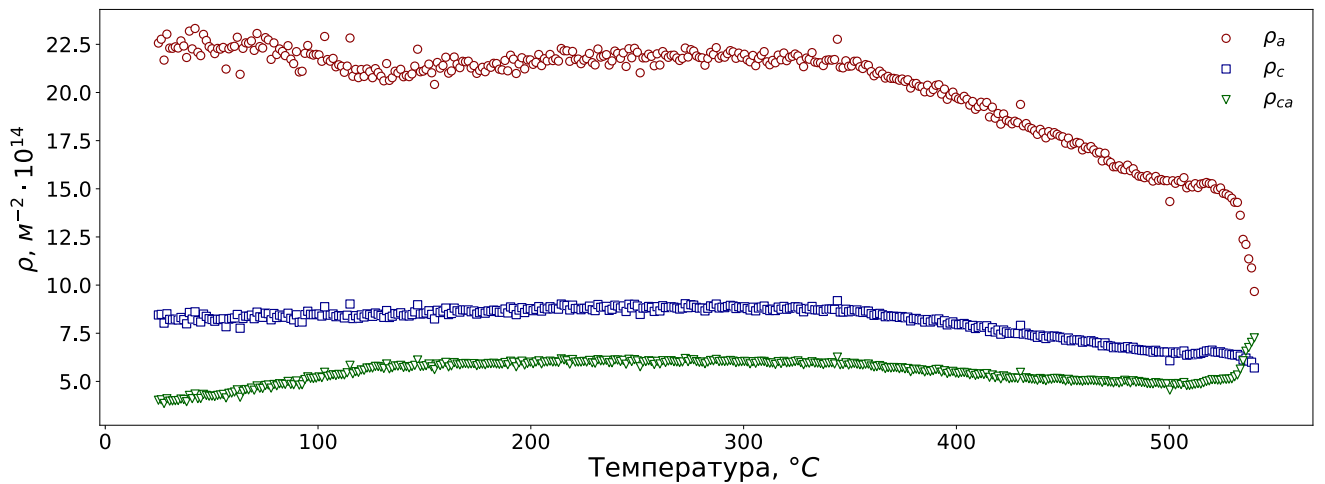
Следует отметить, что полученные методом дифракции синхротронного излучения данные коррелируют с результатами математического моделирования, проведенного методом молекулярной динамики. На рисунке 4.5 представлены результаты расчетов плотности дислокаций в поли- и монокристалле титана в процессе их нагрева. Видно, что плотность дислокаций возрастает на начальном этапе нагрева, а ее максимум для обеих моделей приходится на температурный диапазон 200 - 250 °С, тогда как для экспериментальных данных экстремум соответствует температуре 280 °С (рисунок 4.4 а).

Размеры ОКР при нагреве холоднодеформированного титана изменяются в несколько этапов (рисунок 4.6 а). Во-первых, в температурном диапазоне 25 - 200 °С происходит их небольшое снижение, что может быть связано с повышением плотности дислокаций, приводящим к росту искажений кристаллической решётки, и, соответственно, к уменьшению объема элементов структуры, когерентно рассеивающих рентгеновское излучение. Во-вторых, на интервале 200 - 480 °С наблюдается параболический рост ОКР. В диапазоне температур 480 - 490 °С он прерывается, однако при дальнейшем повышении температуры вновь возобновляется. Необходимо подчеркнуть, что на полученном экспериментально графике, связывающем плотность дислокаций с температурой нагрева образца (рисунок 4.4 а) также зафиксирован интервал, на котором имеет место аномальное изменение характера зависимости. В этом интервале значения плотности дислокаций имеют практически постоянное значение. Однако, полностью температурные интервалы, соответствующие отклонениям характера изменения плотности дислокаций (500 - 520 °С) и размеров областей когерентного рассеяния (480 - 490 °С), не совпадают.

Параметры R_e и M также изменяются стадийно (рисунок 4.6 б,в). Наиболее заметно это проявляется на зависимости, связывающей параметр Вилкенса (M) с температурой нагрева материала. На начальном этапе нагрева параметр



(а)



(б)

Рисунок 4.4 — Характер изменения общей плотности дислокаций (а), а также плотности дислокаций с векторами Бюргерса \vec{b}_a , \vec{b}_c и \vec{b}_{ca} (б) при нагреве α -титана. Пунктирной линией обозначена производная плотности дислокаций по температуре. Отдельно представлен участок нагрева до 450 $^\circ C$ в координатах «температура - $\Delta\rho$ », где $\Delta\rho = \rho - \rho_0$; ρ - плотность дислокаций при данной температуре; ρ_0 - плотность дислокаций в образце после предварительной деформации при температуре 25 $^\circ C$

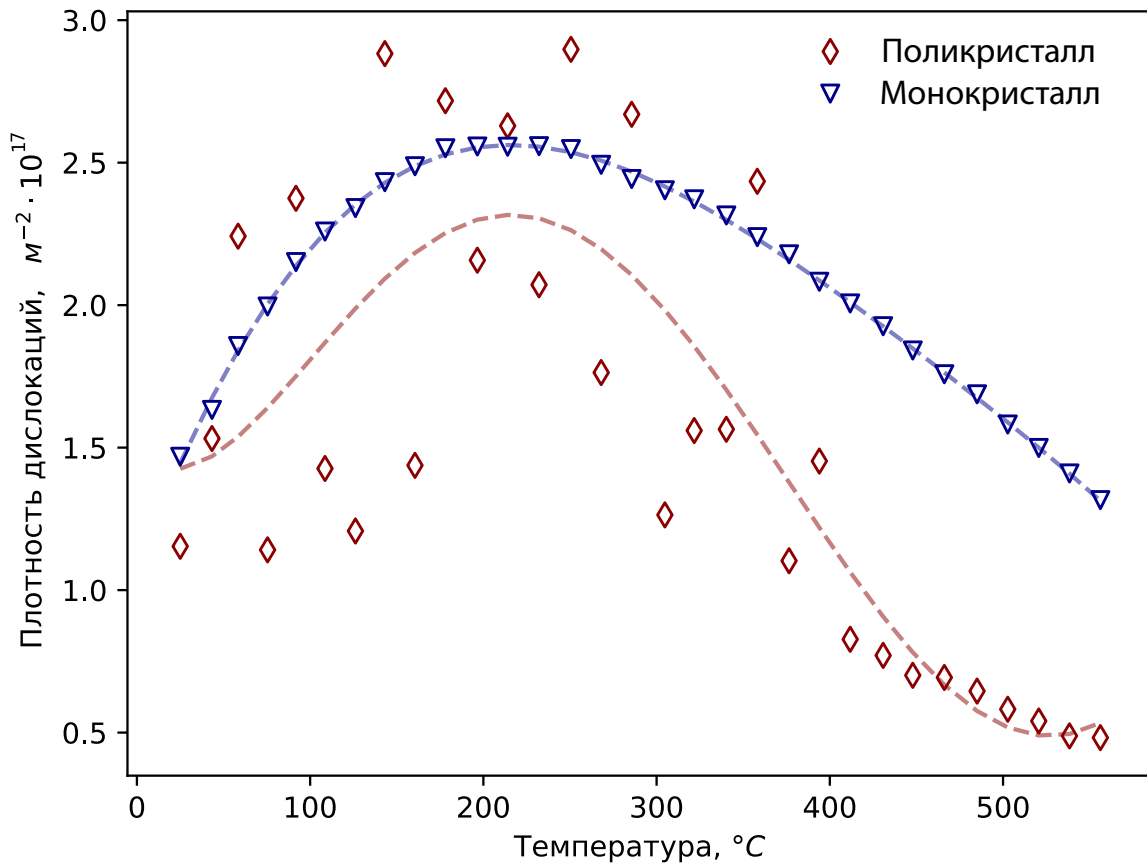
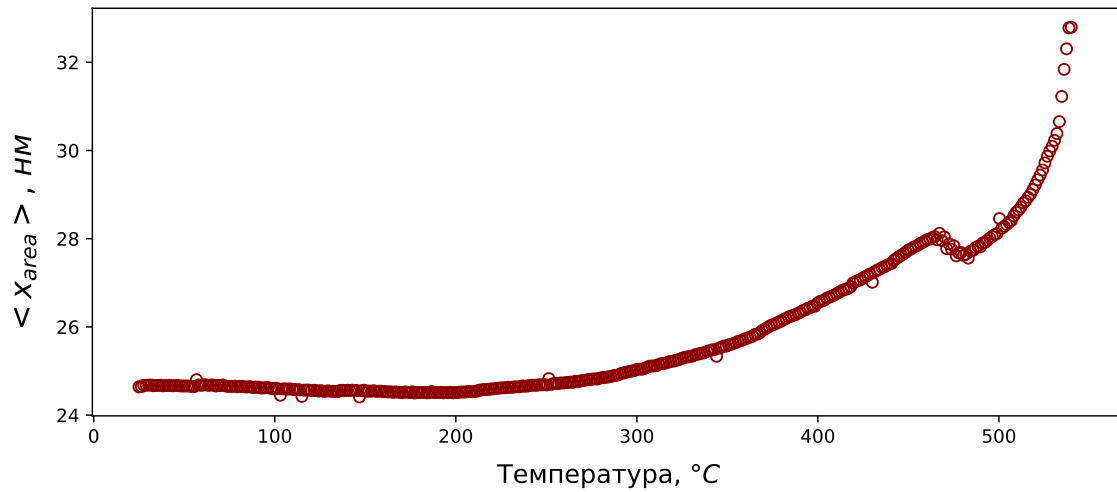


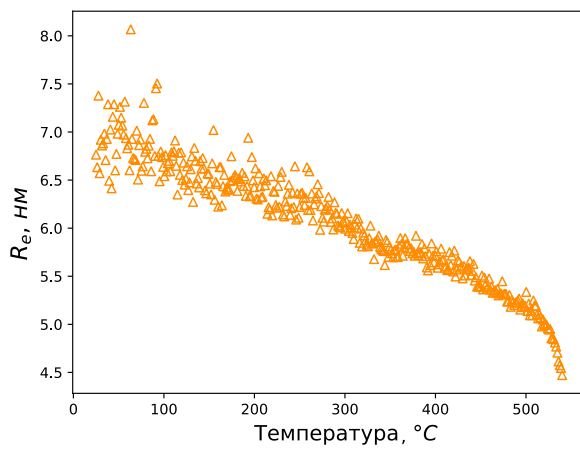
Рисунок 4.5 — Характер изменения плотности дислокаций во время нагрева α -титана согласно результатам математического моделирования методом молекулярной динамики. С целью улучшения восприятия информации значения плотности дислокаций моно- и поликристалла аппроксимированы полиномами второй и четвертой степени соответственно

M уменьшается, однако на температурном интервале 150 - 250 °C его значения практически не изменяются. По всей видимости это связано с плотностью дислокаций - при аннигиляции дислокационных диполей упругие искажения материала уменьшаются и происходит образование более упорядоченной дислокационной структуры. После этого, на этапе роста плотности дислокаций их взаимное распределение практически не меняется. При нагреве свыше 250 °C происходит стабильное снижение параметра M , что указывает на упорядочение дислокационной структуры, связанное, вероятно, с формированием дислокационных стенок.

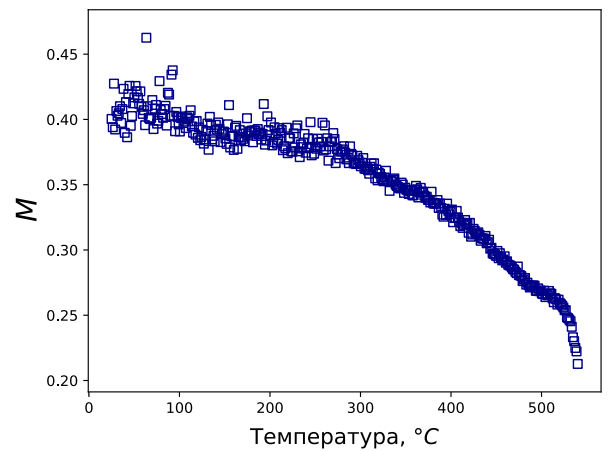
Рисунок 4.7 иллюстрирует корреляцию плотности дислокаций и размеров ОКР с микротвердостью и пределом прочности α -титана согласно уравнению



(a)



(б)



(в)

Рисунок 4.6 — Изменение размеров ОКР (а); радиуса области упругих искажений вокруг дислокаций (б); параметра Вилкенса (в) при индукционном нагреве холоднотекстурированного технически чистого титана

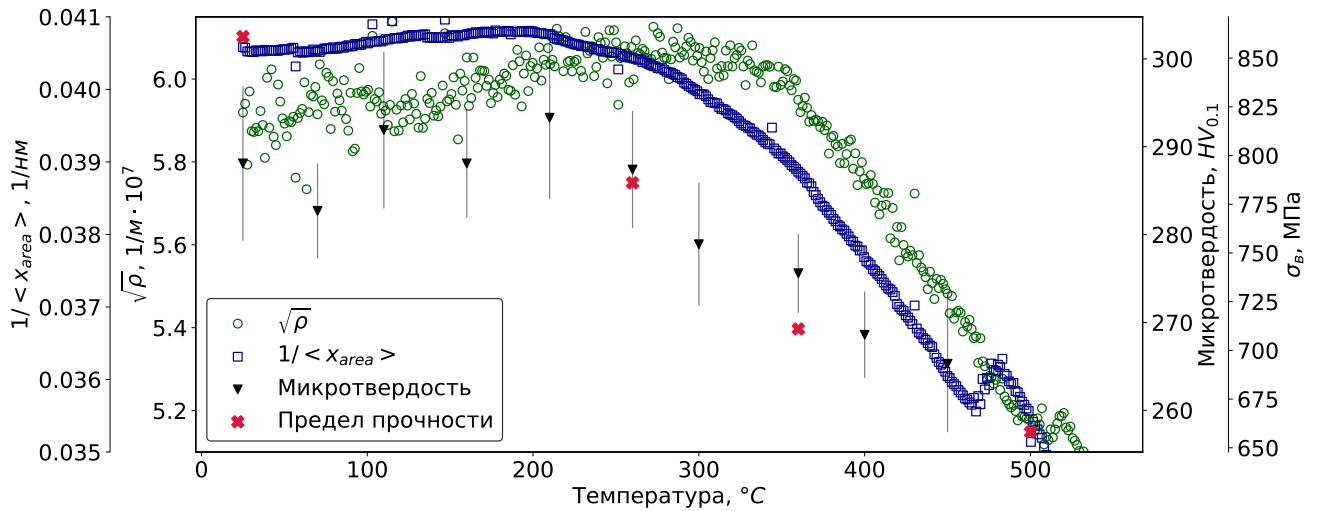


Рисунок 4.7 — Корреляция плотности дислокаций и размеров ОКР с микротвердостью и пределом прочности α -титана согласно уравнениям Кульман-Вильсдорф и Тейлора

ям Тейлора и Кульман-Вильсдорф. Указанные структурные параметры тесно коррелируют с механическими свойствами, однако начальный этап повышения плотности дислокаций не сопровождается заметным повышением прочности и твердости. По всей видимости, эффект, связанный с некоторым повышением плотности дислокаций, не способен оказать заметного влияния на механические свойства исследуемого материала.

4.2 Преобразования дислокационной структуры β -титана в процессе отдыха и полигонизации

Важнейшей особенностью дифракционных экспериментов, проводимых в режиме *in-situ*, является возможность наблюдать структурные изменения непосредственно в процессе нагрева материала. Одна из задач, решаемых с использованием этого подхода, заключается в изучении дислокационной структуры материала, формируемой на разных этапах температурного воздействия. В данном разделе представлены результаты анализа эволюции дислокационной структуры в образце из титанового сплава *Ti45Nb* в процессе непрерывного индукционного нагрева [122].

По данным дилатометрического анализа равномерное повышение температуры до 900 °C сопровождается удлинением образца на 150 мкм (рисунок 4.8). При этом сохраняется β -структура сплава, а использование атмосферы аргона исключает появление оксидов.

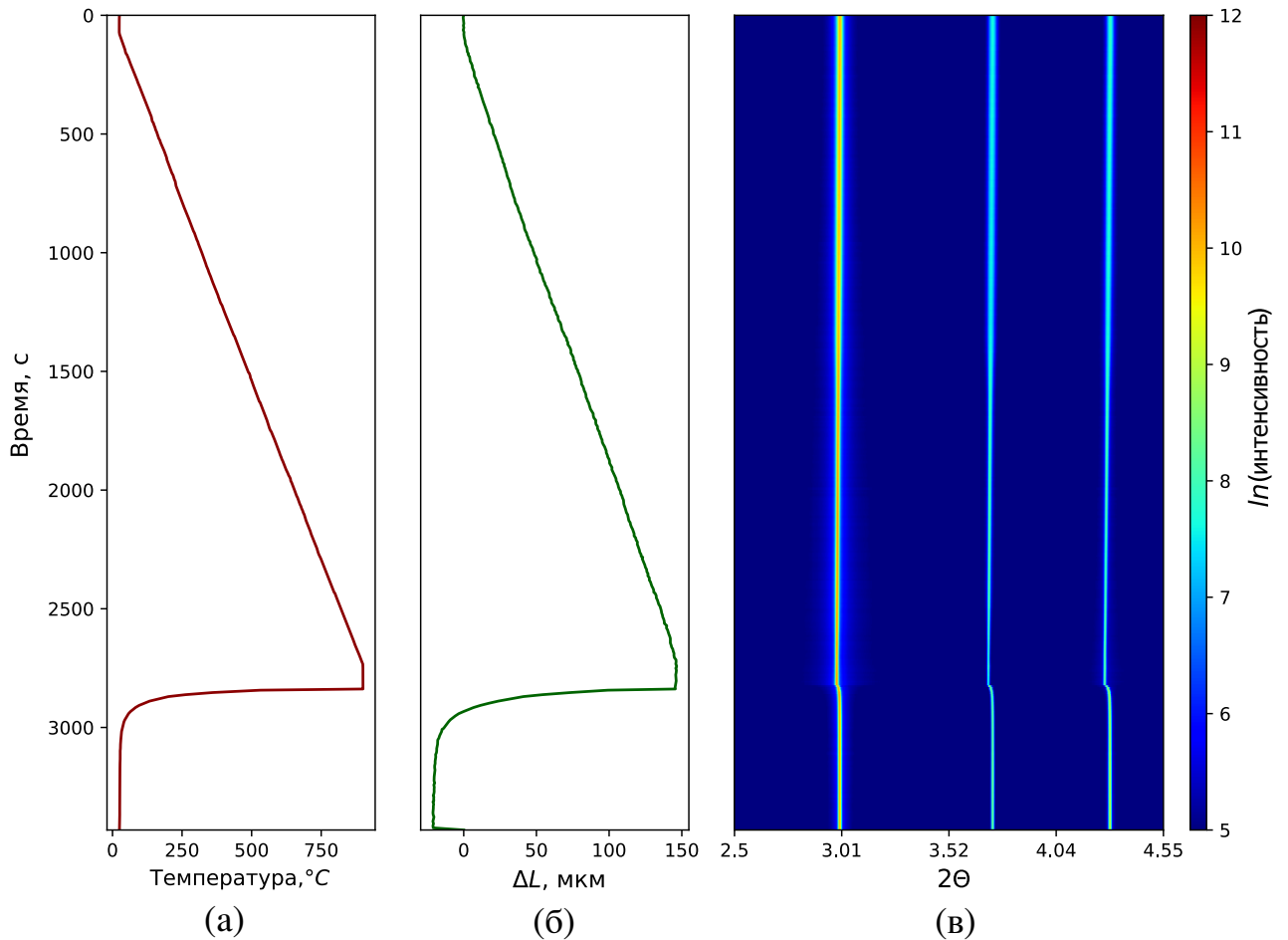


Рисунок 4.8 — Изменение температуры (а), длины образца (б), а также дифракционная карта процесса нагрева сплава $Ti45Nb$ (в)

Применение методов, описанных в разделе 1.8.1 (модифицированные методы Вильямсона - Холла и Уоррена - Авербаха), определяет необходимость введения ряда фундаментальных параметров, в частности дислокационного контрастного фактора \bar{C}_{hkl} , характеризующего степень «видимости» дислокаций, а также параметра q , который в случае поликристаллов с кубической симметрией отражает распределение дислокаций по их типу (краевые и винтовые).

В то же время, методы мВХ и мУА обладают рядом недостатков, перечисленных в разделе 1.8.2 диссертационной работы. Один из них - зависимость данных методов от фундаментальных параметров материалов - не позволил выявить количественное распределение дислокаций по их типам (краевые или винтовые). Однако, на основании изменения тенденции параметра q была получена качественная оценка распределения дислокаций.

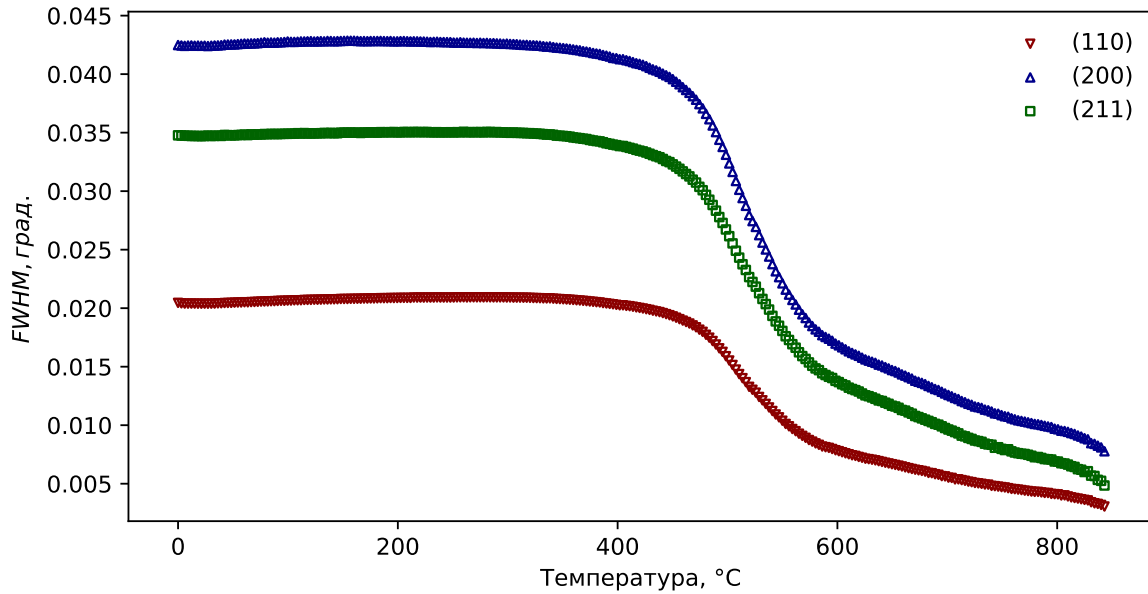
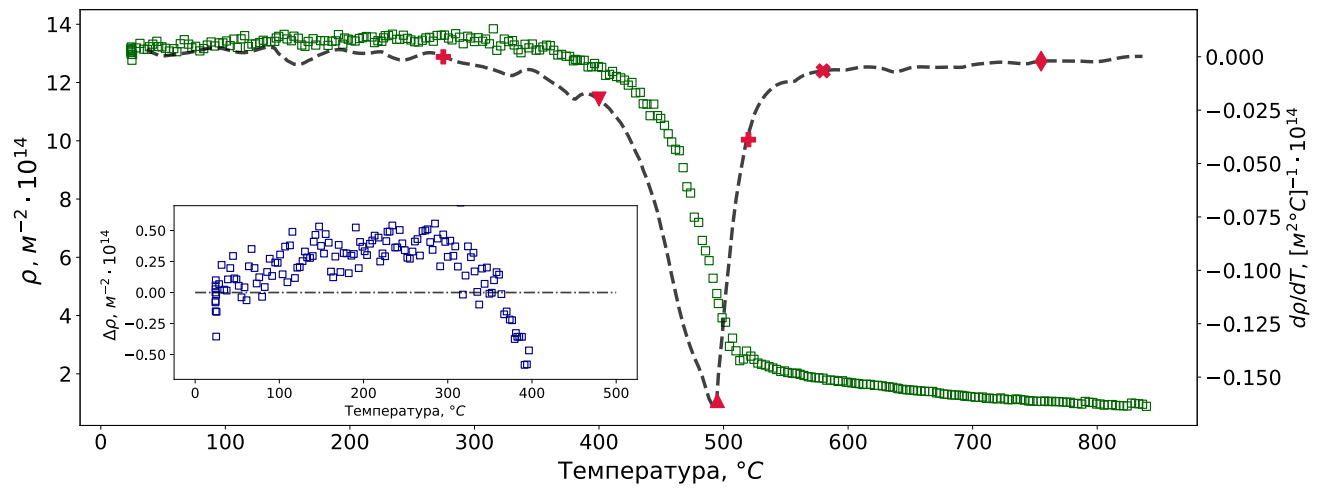


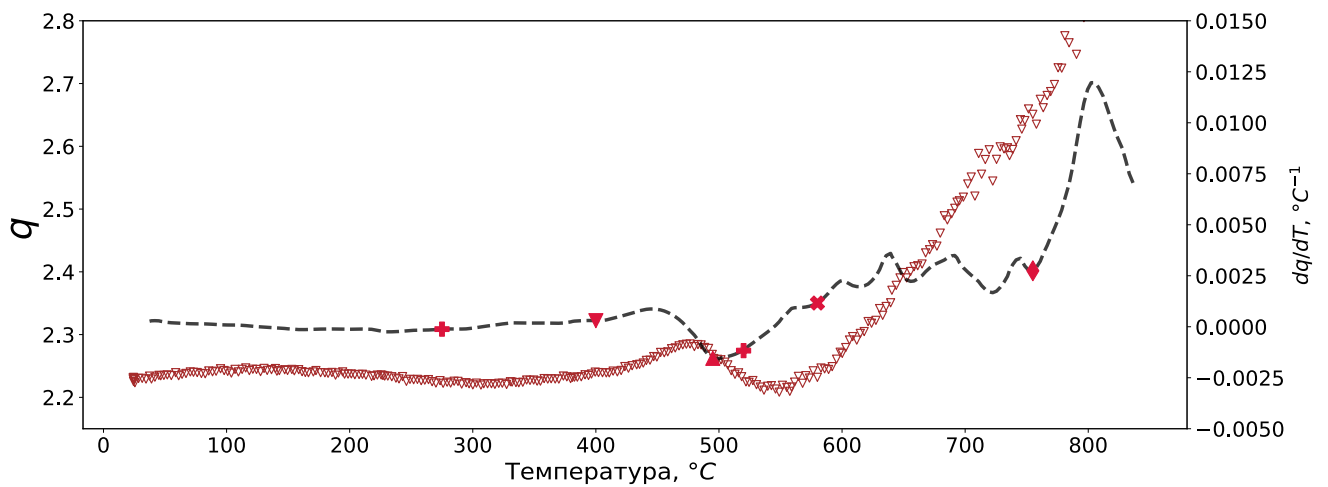
Рисунок 4.9 — Изменение полуширины дифракционных максимумов (110), (200), (211) образца из сплава $Ti45Nb$ при его нагреве

Согласно результатам профильного анализа (рисунок 4.9) процессы структурных преобразований при нагреве материала характеризуются несколькими стадиями, различающимися скоростью и характером изменения полуширины пика. Для исследуемого в работе сплава $Ti45Nb$ были выделены два основных процесса - отдых и полигонизация, развивающиеся до 400 и 780 °C соответственно. При этом, для каждого из них могут быть выделены стадии, характеризующиеся доминирующими структурными преобразованиями:

1. Отдых (25 - 400°C):
 - стадия I (25 - 275 °C): слабый рост плотности дислокаций;
 - стадия II (275 - 400°C): аннигиляция дислокационных диполей.
2. Полигонизация (400-755°C):
 - стадия III (400 - 495 °C): ускоренная аннигиляция дислокаций и рост размеров ОКР, образование низкоэкранированных дислокационных систем,
 - стадия IV (495-520 °C): снижение скорости аннигиляции дислокаций и роста размеров ОКР, начало образования дислокационных стенок;
 - стадия V (520-580 °C): начало процесса аннигиляции краевых дислокаций;



(а)



(б)

Рисунок 4.10 — Изменение плотности дислокаций (а) и параметра q (б) при нагреве сплава $Ti45Nb$. На рисунке (а) отдельно выделен участок нагрева до $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ в координатах «температура» - « $\Delta\rho = \rho - \rho_0$ », где: ρ - плотность дислокаций при определенной температуре; ρ_0 - при $25\text{ }^{\circ}\text{C}$. Пунктирной линией обозначены производные представленных параметров по температуре

— стадия VI ($580\text{-}755\text{ }^{\circ}\text{C}$): низкая скорость аннигиляции дислокаций, образование дислокационных стенок с постоянной скоростью, ускоренное снижение доли краевых дислокаций.

Ниже характер структурных преобразований, соответствующих выделенным стадиям, рассмотрен более детально. Границы между ключевыми стадиями отмечены красными маркерами на графиках производных анализируемых параметров по температуре.

Процессы, развивающиеся при температуре до $400\text{ }^{\circ}\text{C}$, в классической литературе соответствуют стадии отдыха. На данной стадии происходит миграция

и рекомбинация точечных и линейных дефектов, частично восстанавливается пластичность материалов. Особенность, зафиксированная методом дифракции синхротронного излучения, заключается в том, что данная стадия сопровождается ростом плотности дислокаций примерно на $0,5 \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$ (рисунок 4.10 а) и небольшим уменьшением размеров ОКР (рисунок 4.11 а). Увеличение плотности дислокаций происходит вплоть до $275 \text{ }^\circ\text{C}$. Возможно, что это связано с диффузией точечных дефектов к стокам (границам и субграницам, дислокациям). Аннигиляция точечных дефектов сопровождается незначительным увеличением длины линий дислокаций, что может объяснить слабое увеличение параметра ρ на первой стадии нагрева (рисунок 4.10 а). Учитывая тот факт, что повышение температуры материала способствует образованию новых точечных дефектов, скорость процесса будет определяться как $V = V^+ + V^-$, где V^+ - скорость зарождения вакансий; V^- - скорость диффузии вакансий к стокам. Подробное описание кинетики данных процессов представлено, например, в работах Л.Н. Ларикова [33] и Р.В. Баллуффи [123].

По достижении температуры $275 \text{ }^\circ\text{C}$ начинается процесс аннигиляции дислокаций, продолжающийся в течение всего последующего эксперимента. Начальный этап процесса аннигиляции (вплоть до $400 \text{ }^\circ\text{C}$) связан, по всей видимости, с рекомбинацией дислокационных диполей.

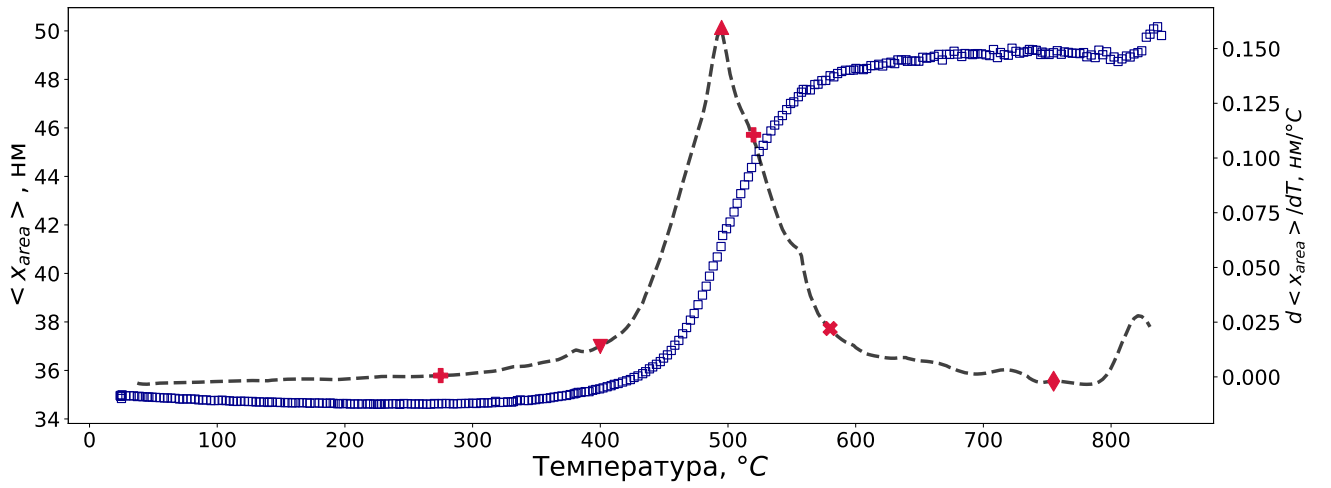
Можно заметить, что, начиная с температуры $\sim 300 \text{ }^\circ\text{C}$, происходит постепенный рост параметра q , указывающий на снижение доли краевых дислокаций в системе, т.е. на их аннигиляцию. Вполне вероятно, что данное явление связано с особенностями конфигурации ядер винтовых и краевых дислокаций в ОЦК структуре. Как известно, винтовые дислокации в ОЦК материалах образуют сложные сидячие дислокационные построения, поскольку могут диссоциировать на несколько дислокаций, располагающихся в кристаллографически неэквивалентных плоскостях, образуя, тем самым, сложное, непланарное ядро [67]. Кроме того, согласно работе Конрада с соавторами [124], для металлов в ОЦК структурой при температурах $T < 0.25 \cdot T_{\text{пл}}$ (где $T_{\text{пл}}$ - температура плавления) процессом, определяющим пластическую деформацию, является преодоление дислокациями барьера Пайерлса - Набарро. Однако при $T > 0.25 \cdot T_{\text{пл}}$ лимитирующими являются взаимодействие дислокаций с точечными дефектами, диффузия атомов и переползание дислокаций. Это приводит к тому, что в структурах подобного типа при аннигиляции винтовых компонент дислокаций, образующих диполь, лимитирующим является процесс поперечно-

го скольжения. Таким образом, при низкой температуре рекомбинируют только краевые узкие диполи, а с повышением температуры в данный процесс будут вовлекаться все более широкие диполи разных типов [33].

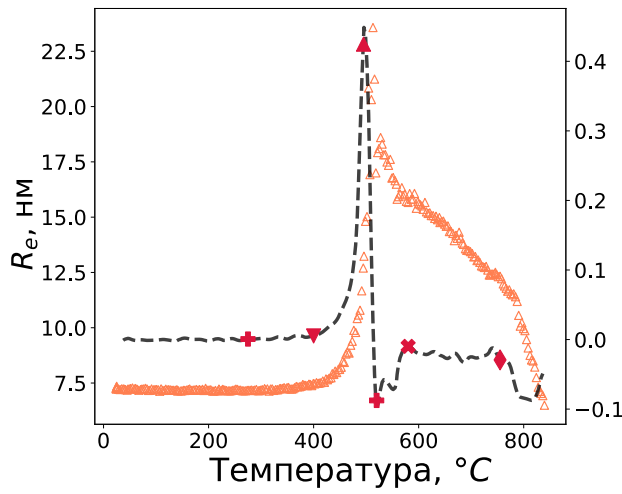
Вплоть до 400 °С скорость рекомбинации как винтовых, так и краевых диполей незначительна (не превышает значения $-0.025 \cdot 10^{14}$, $\text{м}^2 \cdot \text{С}^{-1}$). Других значительных изменений структурных параметров материала - размеров ОКР и областей упругих искажений вокруг дислокаций - на данном этапе не происходит.

Для того чтобы понять динамику параметра R_e , необходимо учитывать тот факт, что поле напряжений дислокационной структуры зависит не только от плотности дислокаций, но и от особенностей их пространственного распределения. Если поля напряжений отдельных дислокаций экранируют друг друга, общее искажение решетки ниже, что приводит к уменьшению значения R_e . Сильное экранирование напряжений характерно для дислокационных диполей и для дислокационных стенок. Однако, несмотря на то, что анализ динамики параметра R_e позволяет оценить взаиморасположение дислокаций, в иных случаях для учета эффекта экранирования и взаиморасположения дислокаций используют безразмерную константу Вилкенса (M), которая определяется соотношением $M = R_e \sqrt{\rho}$ [125]. Из рисунка 4.11 б,в следует, что вплоть до 400 °С изменений параметра M не происходит. Принимая во внимание тот факт, что дислокационные диполи являются наиболее экранированной системой, состоящей из двух дислокаций, их рекомбинация должна приводить к общему снижению упругих искажений кристаллической решетки. Подобная динамика параметров позволяет сделать вывод о незначительном количестве рекомбинированных диполей на данном этапе, что не приводит к существенным изменениям степени искаженности кристаллической решетки.

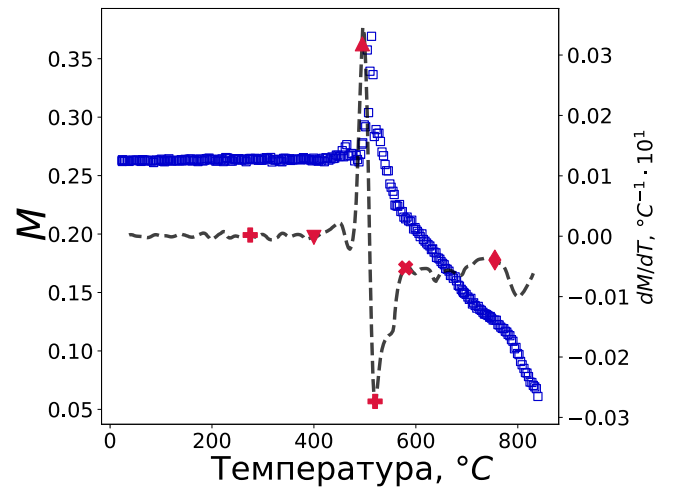
Дальнейшее повышение температуры сопровождается скачкообразными изменениями скоростей анализируемых параметров. Из рисунка 4.11 б следует, что на интервале от 400 до 495 °С параметр R_e возрастает от 7.4 до 22 нм, а при дальнейшем увеличении температуры до 520 °С величина R_e снижается до 16 нм. Особенности такого поведения можно объяснить анализируя энергию взаимодействия дислокаций. Согласно континуальной теории дислокаций энергия кристалла, содержащего две дислокации, вызывающие напряжения σ_{ij}^A и σ_{ij}^B с деформациями ε_{ij}^A и ε_{ij}^B , равна:



(а)



(б)



(в)

Рисунок 4.11 — Изменение размеров ОКР (а); радиуса области упругих искажений вокруг дислокаций (б); параметра Вилкенса (в) при нагреве деформированного сплава $Ti45Nb$. Пунктирной линией отображена производная представленных параметров по температуре

$$E_{упр} = \frac{1}{2} \int_V \sigma_{ij}^{\Sigma} \varepsilon_{ij}^{\Sigma} dV. \quad (4.1)$$

В соответствии с принципом суперпозиции суммарное напряжение и суммарная деформация кристалла соответственно равны:

$$\sigma_{ij}^{\Sigma} = \sigma_{ij}^A + \sigma_{ij}^B, \quad (4.2)$$

$$\varepsilon_{ij}^{\Sigma} = \varepsilon_{ij}^A + \varepsilon_{ij}^B. \quad (4.3)$$

Тогда энергию системы можно представить следующим образом:

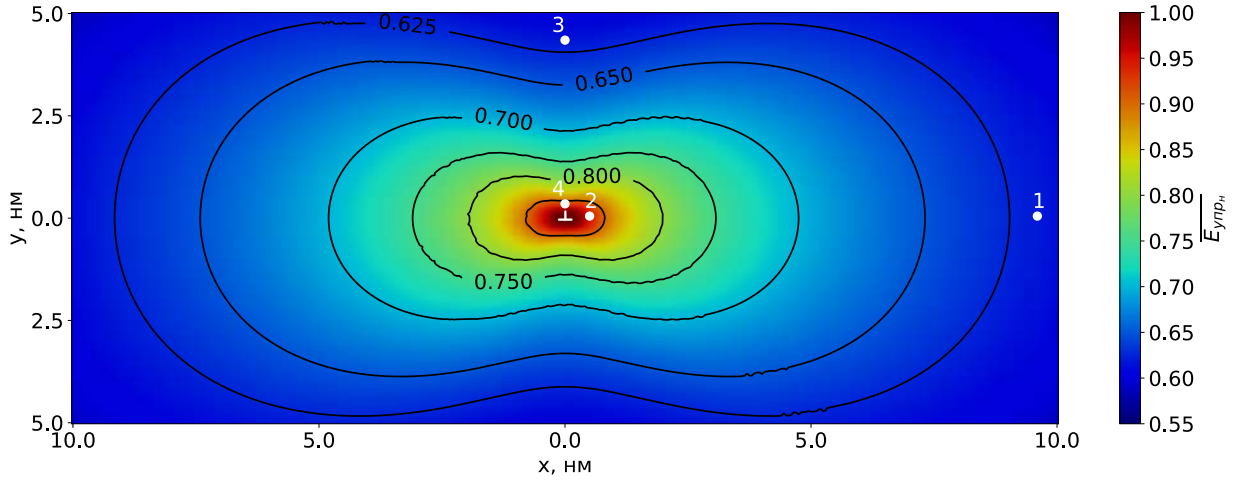


Рисунок 4.12 — Энергия кристалла в зависимости от относительного расположения двух параллельных краевых дислокаций. Одна из дислокаций расположена в центре ячейки. Возможные положения другой дислокации указаны точками и описаны в тексте

$$E_{\text{упр}} = E_{\text{упр}}^A + E_{\text{упр}}^B + E_{\text{упр}}^{AB} = \frac{1}{2} \int_V \sigma_{ij}^A \varepsilon_{ij}^A dV + \frac{1}{2} \int_V \sigma_{ij}^B \varepsilon_{ij}^B dV + \int_V \sigma_{ij}^{AB} \varepsilon_{ij}^{AB} dV, \quad (4.4)$$

где слагаемые $E_{\text{упр}}^A$ и $E_{\text{упр}}^B$ представляют собой энергии упругих искажений, создаваемых дислокациями А и В соответственно, а $E_{\text{упр}}^{AB}$ характеризует энергию их взаимодействия.

На рисунке 4.12 показано изменение энергии системы при взаимодействии двух параллельных краевых дислокаций одного знака в зависимости от особенностей их взаимного расположения. Одна из краевых дислокаций (обозначена символом « \perp ») находится в центре ячейки площадью 400 нм^2 . Положение другой дислокации изменялось с шагом 0.1 нм . Ввиду возможного перекрытия ядер дислокаций и появления anomalно завышенных значений энергии, вся энергия моделируемой системы нормировалась на максимальное значение с учетом радиуса ядра дислокаций, выбранного на основе работ [126; 127].

Из рисунка 4.12 следует, что наиболее стабильная конфигурация двух краевых дислокаций одного знака соответствует их расположению друг над другом. Таким образом, энергия системы будет минимальна при образовании дислокационной стенки. Известно, что присутствие дислокации повышает упругую энергию кристалла пропорционально возникающей вокруг неё области упругих искажений согласно выражению $\langle E_{\text{упр}} \rangle \approx \ln(R_e/r_0)$, где r_0 - радиус ядра дислокаций. Можно показать, что повышение параметра R_e с 7,4 до 22

ним и последующее его снижение до 16 нм сопровождается ростом и снижением значений $\langle E_{\text{упр}} \rangle$ на температурных интервалах 400 - 495 и 495 - 520 °С соответственно. Таким образом можно утверждать, что образование дислокационных стенок происходит в два этапа.

Рост параметра R_e в диапазоне 400 - 495 °С и соответствующий ему рост значений $\langle E_{\text{упр}} \rangle$, может быть связан со сближением двух дислокаций одного знака на расстояние нескольких значений вектора Бюргерса. Так, например, увеличение параметра R_e с 7,4 до 22 нм приводит к повышению $\langle E_{\text{упр}} \rangle$ на 35 %. Подобное изменение упругой энергии возможно при скольжении второй дислокации из положения (1) в положение (2) на расстояние 9 нм или в результате ее переползания из положения (3) в положение (4) на 4 нм. Наиболее вероятно, что анализируемый эффект связан со скольжением дислокации, т.к. процесс переползания на данной стадии лимитируется более высокой энергией активации. Отмеченное предположение подтверждается динамикой изменения других параметров и будет описано позже.

Следует также отметить, что в температурном интервале 400 - 495 °С скорость изменения параметра R_e возрастает (рисунок 4.11 б). Это может быть объяснено уменьшением барьера Пайерлса - Набарро при нагреве материала. Как известно, движение дислокаций через барьер Пайерлса - Набарро происходит путем формирования и дальнейшего расширения двойных перегибов на дислокациях. В материалах с ОЦК структурой такое движение дислокаций затруднено из-за особенностей строения их ядер, однако увеличение температуры системы сопровождается повышением подвижности дислокаций, связанным с когерентным тепловым движением атомов. Подробное решение данной задачи для простейших материалов в аналитическом виде приведено в монографии Ж. Фриделя [128]. Однако, численные расчеты снижения сопротивления барьера с использованием данной модели могут быть выполнены только для простейших материалов (например, для германия и кремния). Решение данной задачи для сплавов, а тем более для ОЦК кристаллов со сложной, непланарной структурой ядра дислокаций, не представляется возможным. Несмотря на это, можно ожидать что при температурах, значительно превышающих температуру Дебая, снижение барьера Пайерлса - Набарро происходит с тенденцией, близкой к экспоненциальной.

После скачкообразного повышения параметра R_e (рисунок 4.11 б) происходит его стремительное снижение до 16 нм в интервале температур 495-520 °С.

По всей видимости данное поведение связано с активацией процесса переползания дислокаций и образованием дислокационных стенок, что подтверждается также динамикой изменения других структурных параметров. Так, начиная с точки 495 °С, становится заметным повышение скорости роста параметра q , а с 520 °С изменение этого показателя становится еще более существенным (рисунок 4.10 б). Отмеченные обстоятельства указывают на то, что при нагреве материала выше 495 °С происходит резкое повышение доли винтовых дислокаций. Учитывая, что для данного этапа характерно снижение общей плотности дислокаций системы (рисунок 4.10 а), увеличение q может быть связано только с началом аннигиляции краевых компонент дислокаций, что невозможно без активации процессов переползания. Следует также обратить внимание на тот факт, что на данном этапе происходит значительное снижение параметра M , указывающее на образование экранированных дислокационных систем, в данном случае - дислокационных стенок.

Описанные выше структурные преобразования, являющиеся частью процесса полигонизации, подробно описаны в классической литературе [33]. Полигонизация включает процессы формирования, роста и переориентации субзерен в кристаллах, содержащих избыточное количество дислокаций одного знака. Полагают, что кинетика процесса полигонизации наиболее сложна среди всех стадий залечивания дефектов, т.к. требует согласованного преобразования ансамблей дефектов, а перемещение дислокаций происходит при сочетании процессов скольжения и переползания.

Последующее повышение температуры в диапазоне от 520 °С до 755 °С приводит к снижению скорости всех происходящих структурных изменений с сохранением наблюдавшихся тенденций (постепенное снижение параметров ρ , R_e и M , а также рост значений $\langle x_{area} \rangle$). Наблюдаемый характер изменений параметров указывает на то, что, как и на предыдущем этапе, имеет место упорядочение дислокационной структуры материала с образованием субзерен. Однако из-за бóльшей энергии активации данной стадии, начинается она при более высоких температурах. Вполне вероятно, что на данном этапе происходит перемещение смешанных дислокаций, а также сложных дислокационных ансамблей с образованием субграниц.

Изложенные выше обстоятельства позволяют предположить, что в диапазоне температур 495 - 755 °С активируются процессы переползания как краевых дислокаций, так и сложных дислокационных скоплений. Причем, из-за разно-

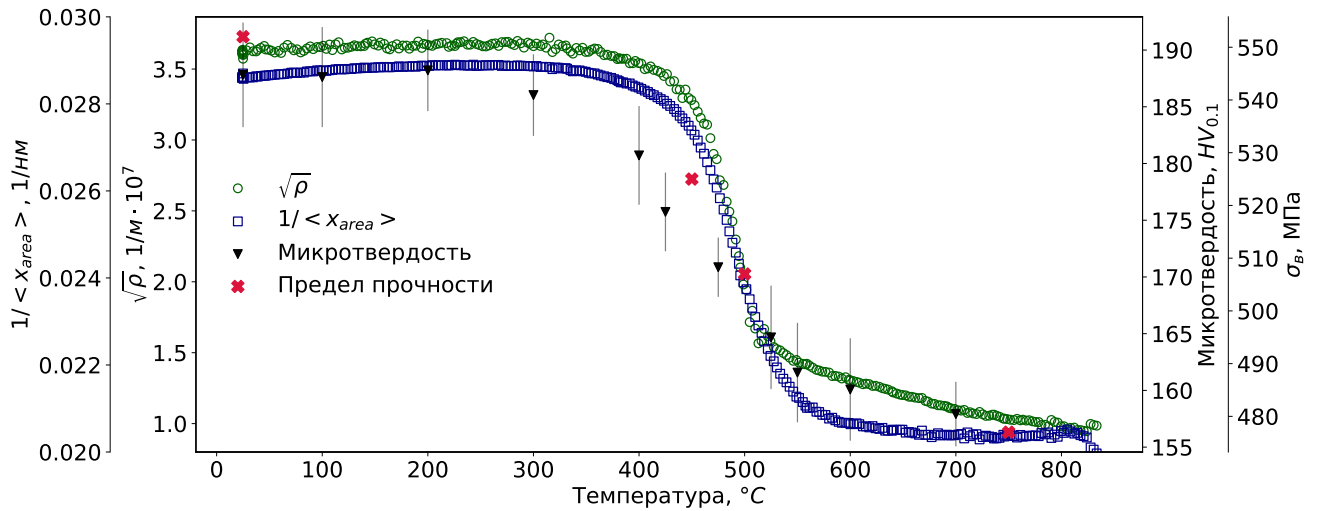


Рисунок 4.13 — Корреляция плотности дислокаций и размеров ОКР с микротвердостью и пределом прочности сплава $Ti45Nb$ согласно моделям Кульман-Вильсдорф и Тейлора

сти энергий активации это происходит последовательно при температурах 495 и 580 °С соответственно.

Рисунок 4.13 отражает связь основных структурных параметров и механических свойств согласно уравнениям Тейлора и Кульман-Вильсдорф. Ввиду того, что процессы, развивающиеся при растяжении и индентировании многих металлических материалов тесно коррелируют друг с другом, данные уравнения часто применяют и для описания микротвердости. К сожалению, точное определение коэффициентов α и k_c , входящих в уравнения Тейлора и Кульман-Вильсдорф, является весьма сложной задачей, поскольку в процессе нагрева развивается несколько конкурирующих процессов, включающих в себя переориентацию дислокаций и постепенную перестройку частично субзеренной структуры в зеренную. По этой причине постоянные α и k_c также имеют функциональную зависимость от температуры.

Выводы по главе 4

1. С использованием методов дифракции синхротронного излучения и профильного анализа проведена количественная оценка структурных изменений холоднодеформированных титановых сплавов VT1-0 и $Ti45Nb$ на различных стадиях термического воздействия. Показано, что начальные стадии нагрева этих сплавов (до 300 °С) сопровождаются слабым ростом плотности дислокаций. Возможность повышения плотности дислокаций на начальных

стадиях нагрева материала подтверждена с использованием математического моделирования процесса методом молекулярной динамики.

2. С использованием дифракционного профильного анализа показано, что при нагреве сплава $Ti_{45}Nb$ на температурном интервале 400 - 495 °С происходит образование дислокационных построений, характеризующихся высокими упругими деформациями. На последующих стадиях нагрева данные построения преобразуются в дислокационные стенки. Возможность такой перестройки дислокационной структуры обоснована с использованием расчётов, основанных на континуальной теории дислокаций.

3. С целью повышения точности анализа дислокационного состояния титановых сплавов в процессе их нагрева с использованием модифицированных методов профильного анализа рентгенограмм показана целесообразность введения корректировок, учитывающих термическое расширение материалов и колебания атомов кристаллической решетки.

Глава 5 ТРИБОТЕХНИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ $\alpha+\beta$ -ТИТАНОВОГО СПЛАВА В СОЧЕТАНИИ С АНАЛИЗОМ ДИСЛОКАЦИОННОЙ СТРУКТУРЫ В РЕЖИМЕ *IN-SITU*

Сухое трение скольжения является сложным, комплексным процессом, состоящим из нескольких стадий и совмещающим в себе совокупность различных явлений. Этот процесс, определяется, в первую очередь, пластической деформацией поверхностного слоя материала, а также с сопутствующим ей нагревом. Значительное влияние на процесс трения оказывает химическое взаимодействие входящих в пару трения материалов между собой и с воздушной атмосферой.

Данная глава представляет собой попытку применения подходов, полученных при использовании «модельных» методов деформационного и теплового воздействия, к более сложным процессам, к которым относится и трение скольжения [129].

5.1 Изменение структуры $\alpha+\beta$ -титанового сплава в процессе сухого трения скольжения

Эволюция дислокационной структуры титановых сплавов в процессе трения в режиме *in-situ* до настоящего момента описана в литературе весьма слабо. Накопление дефектов структуры на стадии приработки при сухом трении скольжения происходит чрезвычайно быстро. Изучение этой стадии изнашивания материалов представляет особый интерес. Для регистрации процессов структурной эволюции материалов требуется удобный «инструмент», в качестве которого рационально использовать рентгеновское синхротронное излучение.

Несмотря на тот факт, что в настоящее время в мире существует несколько десятков источников синхротронного излучения, лишь несколько исследовательских групп применяют их для изучения процессов, связанных с трением. Используя компактный трибометр, разработанный на кафедре материаловедения в машиностроении НГТУ (см. описание в разделах 2.1.5 и 6.2 диссертационной работы), в данной работе были проведены эксперименты по изучению структурных преобразований образца $\alpha+\beta$ -титанового сплава *Ti3Fe* при взаимодействии с твердосплавным индентором (сплав ВК20). Процесс сухого трения скольжения был совмещен с рентгеноструктурными исследованиями

методом дифракции синхротронного излучения. На основании проведённых исследований зафиксированы как минимум две явно выраженные стадии: стадия приработки, сопровождающаяся накоплением дефектов и стадия установившегося процесса трения, на которой количество дефектов циклически возрастает и снижается. Далее представлен анализ полученных результатов.

Использованный в работе режим трения приводил к значительной деформации титанового образца, создавая дефектную структуру в его поверхностных слоях. Результаты пластической деформации $\alpha+\beta$ -титанового сплава, происходившей в процессе трения, отчётливо наблюдаются на изображениях, полученных методом сканирующей электронной микроскопии (рисунок 5.1). Установлено, что трение, приводя к накоплению дефектов кристаллической решетки, периодически сопровождается проявлением релаксационных процессов в поверхностных слоях титановых образцов. Этапы релаксации соответствуют достижению предельного дефектного состояния слоя, взаимодействующего с твердосплавным индентором и удалению этого слоя с поверхности образца. При этом в контакт с индентором вступают более глубокие слабодеформированные зоны материала.

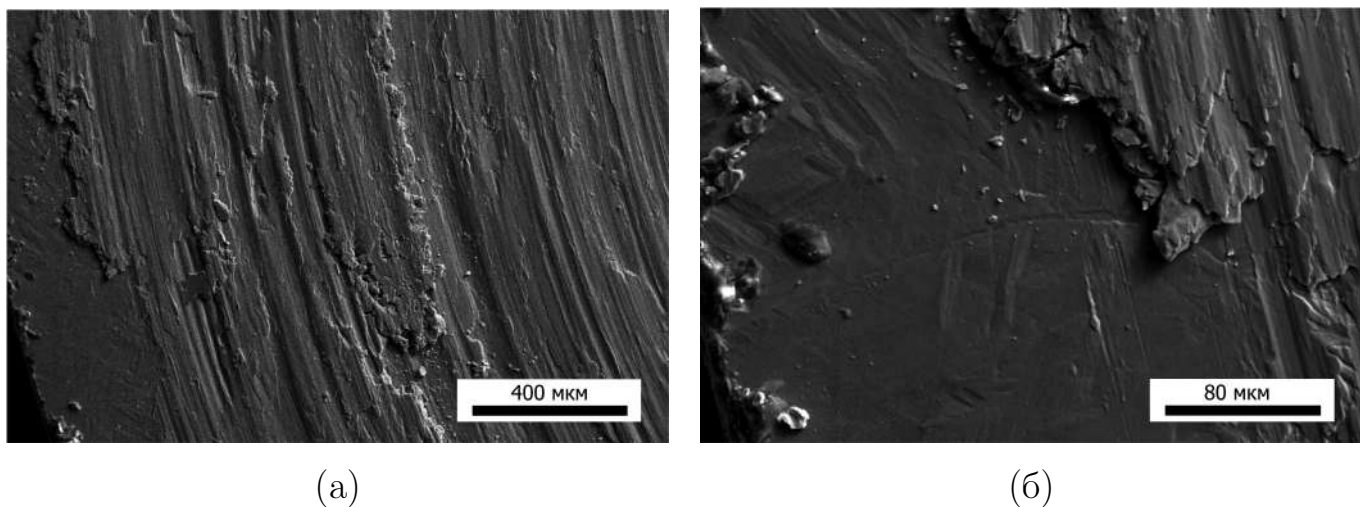


Рисунок 5.1 — Поверхность $\alpha+\beta$ -титанового сплава $Ti3Fe$ после 100 циклов сухого трения скольжения. СЭМ

Многостадийность фрикционного взаимодействия элементов триботехнического сопряжения отражается и на динамике коэффициента трения (рисунок 5.3). Перенос титанового сплава на поверхность твердосплавного индентора является результатом схватывания разнородных материалов и разрушения поверхностного слоя образца на участках адгезионного взаимодействия. Изнашивание материала, сопровождающееся отрывом микрообъемов деформирован-

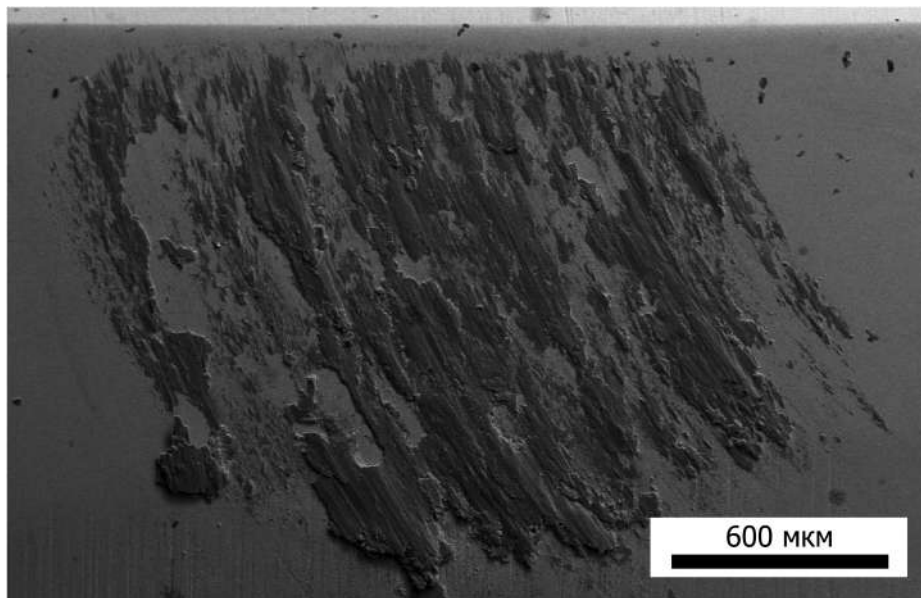


Рисунок 5.2 — Поверхность твердосплавного индентора, покрытая титановым сплавом Ti_3Fe , в результате адгезионного взаимодействия тел в течение 100 циклов трения. СЭМ

ного сплава, происходит при высоких значениях коэффициента трения. Стадия приработки длительностью ~ 20 оборотов приводит к формированию новой пары трения (титан - титан) и постепенному снижению коэффициента трения, оставляя его, тем не менее, на высоком уровне. На второй стадии (от 20 оборотов и далее) реализуется установившийся процесс трения. Тем не менее, из рисунка 5.3 следует, что даже на установившейся стадии наблюдаются скачки коэффициента трения, обусловленные сложными процессами в зоне взаимодействия $\alpha+\beta$ -титанового сплава и индентора с перенесенными на него продуктами износа.

Наблюдаемое на рисунке 5.4 изменение коэффициента трения тесно коррелирует с изменением структурных параметров материала в процессе его изнашивания. В частности, на рисунке 5.4 отражен характер изменения значений полуширины первых пяти дифракционных пиков α -фазы титанового сплава относительно исходного состояния:

$$\Delta FWHM = FWHM - FWHM_0, \quad (5.1)$$

где $\Delta FWHM$ - изменение полуширины дифракционного максимума,
 $FWHM$ - полуширина пика, измеренная во время эксперимента,
 $FWHM_0$ - полуширина того же пика перед началом испытаний.

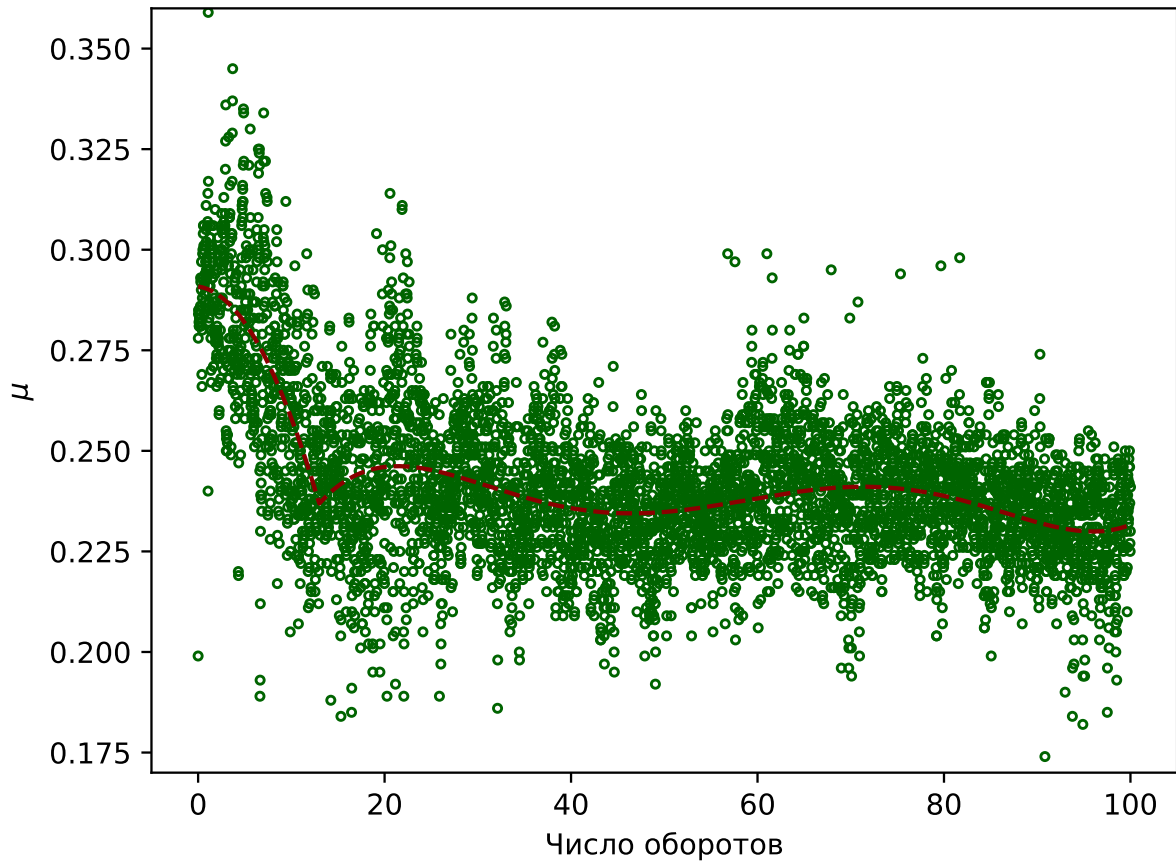


Рисунок 5.3 — Изменение коэффициента трения (μ) $\alpha+\beta$ -титана в течение 100 оборотов образца. Пунктирная линия представляет результат аппроксимации значений коэффициента полиномами второй (до 17 оборотов) и пятой (более 17 оборотов) степени

Следует отметить, что характер изменения параметра $\Delta FWHM$ хорошо согласуется с коэффициентом трения в процессе изнашивания. Этап приработки сопровождается существенным повышением величины $\Delta FWHM$. На установившейся стадии величина $\Delta FWHM$ меняется скачкообразно в соответствии с изменением коэффициента трения. Наиболее заметно изменение ширины рефлексов (10.0), (11.0) и (10.2), в то время как параметры ширины максимумов (00.2) и (10.1) изменяются в меньшей степени. Это свидетельствует о высокой анизотропии упругих свойств решетки α -фазы титана: дислокации и другие дефекты строения, возникающие в процессе фрикционного воздействия в разной степени искажают кристаллическую решетку в различных направлениях.

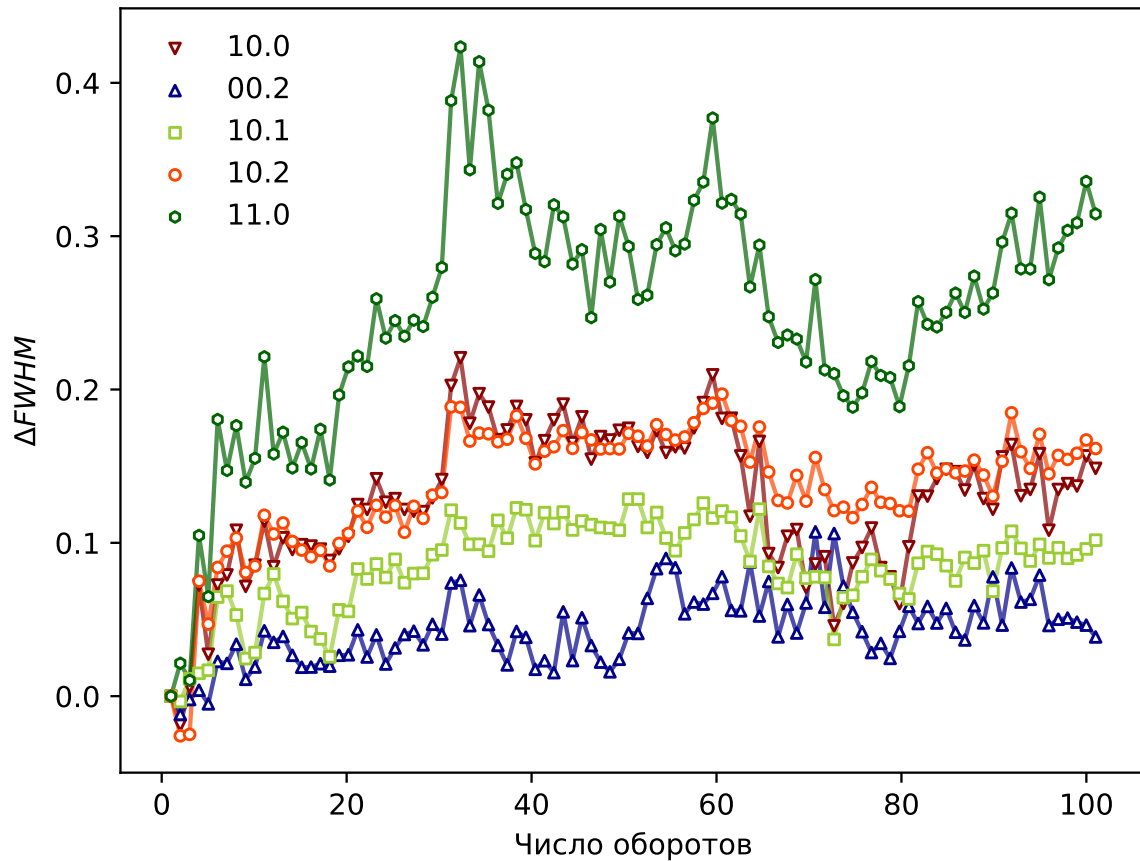


Рисунок 5.4 — Изменение параметра FWHM относительно начального значения ($\Delta \text{FWHM} = \text{FWHM} - \text{FWHM}_0$) для дифракционных максимумов α -фазы, использованных для дальнейшего профильного анализа

Влияние ярко выраженной анизотропии упругих свойств также заметно при анализе материала с использованием классического и модифицированного методов Вильямсона - Холла. Так, согласно результатам анализа, выполненного методом ВХ (рисунок. 5.5), на некоторых этапах процесса трения значения коэффициента детерминации R_{adj}^2 опускаются ниже 0,7, что свидетельствует о наличии существенной ошибки при функциональной аппроксимации экспериментальных данных. В то же время, использование метода мВХ (рисунок. 5.6) значительно снижает ошибку аппроксимации, что подтверждается коэффициентом детерминации, близким к единице на протяжении практически всего эксперимента.

Результаты обоих использованных в работе методов профильного анализа (ВХ и мВХ) свидетельствуют о значительных структурных изменениях, происходящих в поверхностных слоях материала в процессе сухого трения

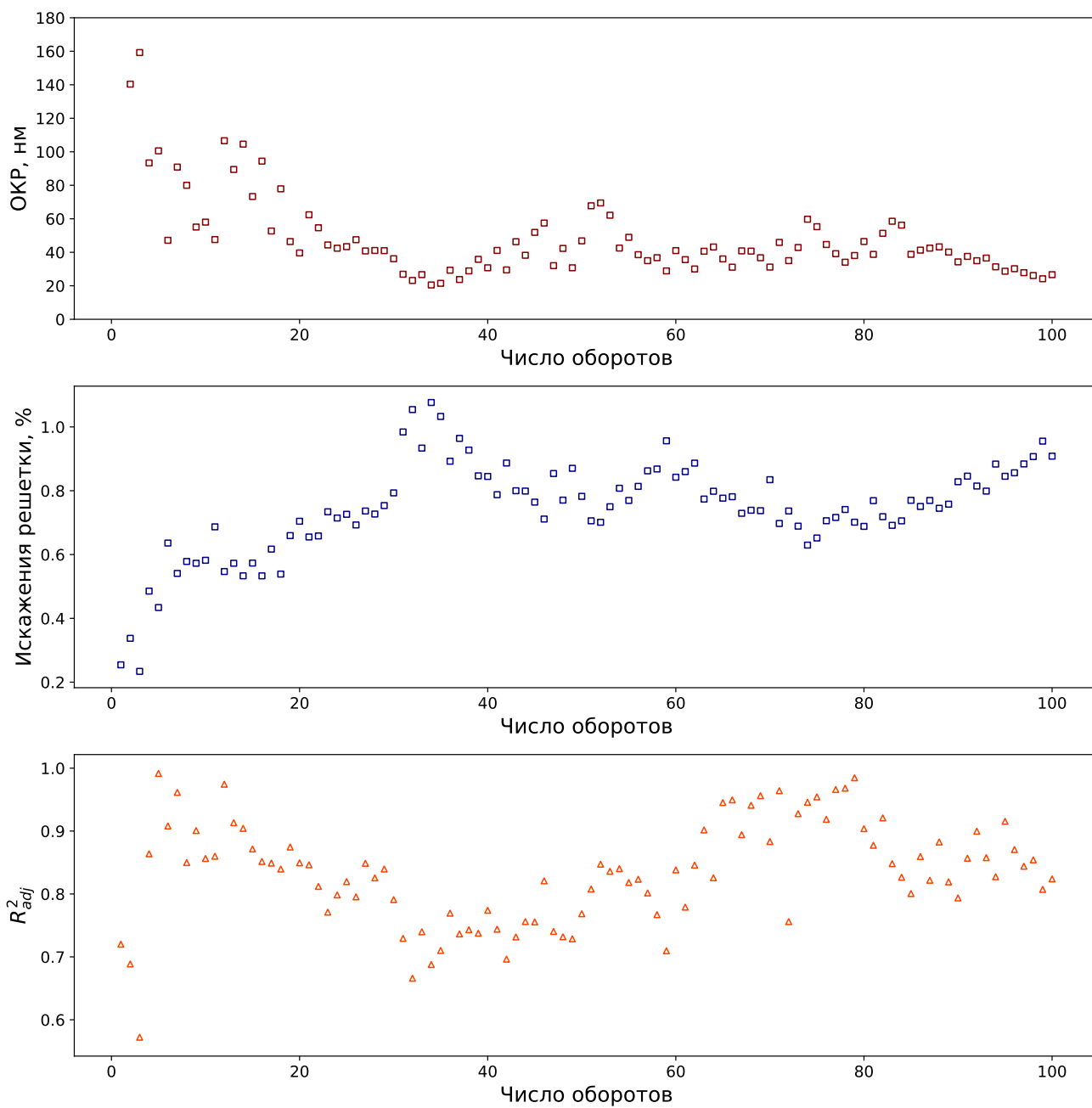


Рисунок 5.5 — Размеры ОКР, значения искажений кристаллической решетки и коэффициента детерминации R_{adj}^2 для α -фазы титанового сплава согласно результатам профильного анализа с использованием классического метода Вильямсона - Холла

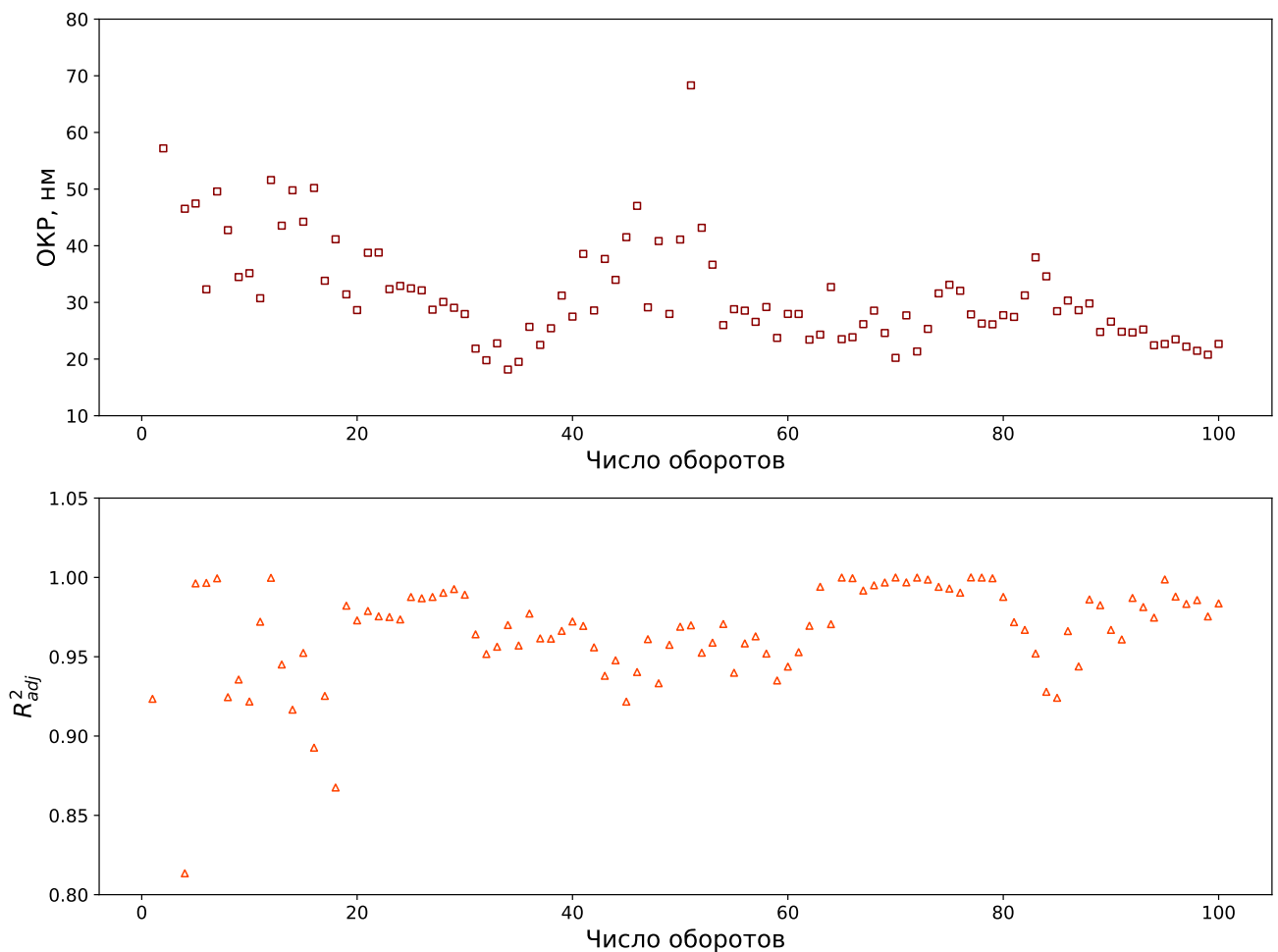


Рисунок 5.6 — Размеры ОКР и значения коэффициента детерминации R_{adj}^2 для α -фазы титанового сплава согласно результатам профильного анализа с использованием модифицированного метода Вильямсона - Холла

скольжения. Стадия приработки, длительность которой составляет примерно 20 циклов трения (оборотов образца), характеризуется значительным снижением размеров областей когерентного рассеяния и ростом искажений кристаллической решетки (рисунок 5.5). В дальнейшем происходит заметное снижение размеров ОКР с достижением локального минимума (19 нм) при 35 циклах трения, что свидетельствует о существенном наклепе материала. В интервале 35 - 50 циклов зафиксировано повышение размеров ОКР. Согласно результатам мВХ (рисунок 5.6) значения ОКР возрастают до 50 нм, что практически соответствует размерам, соответствующим начальной стадии трения. Можно предположить, что на этом этапе происходит адгезионный срыв поверхностных слоев материала, в результате чего наклепанный материал удаляется и в процесс трения вступает менее деформированный слой материала. В то же время, уровень искажений решетки на данном этапе не достигает начальных значе-

ний (рисунок 5.5), что свидетельствует о значительном количестве дислокаций, запасенных в подповерхностных слоях.

Структурные изменения, происходящие в процессе сухого трения, связаны не только с микронапряжениями, обусловленными границами структурных элементов и наличием дислокаций, но так же и с напряжениями, вызванными изменением параметров решетки. На рисунке 5.7 приведены значения параметров решетки α -титана, зафиксированные в процессе трения, и соответствующие им значения доверительных интервалов (надежность $\alpha = 0,9$). Параметры решетки рассчитаны на основании данных о положении дифракционных максимумов. Представленные на рисунке данные позволяют сделать вывод о том, что этап приработки соответствует увеличению обоих параметров кристаллической решетки. На следующих стадиях изнашивания значения параметров решетки снижаются и стабилизируются примерно на одном уровне.

Наиболее важные структурные изменения анализируемого сплава в процессе сухого трения связаны с его дислокационной структурой. На рисунке 5.8 отражен характер относительного распределения дислокаций по системам скольжения с тремя основными векторами Бюргерса α -титана в процессе сухого трения.

Из графика следует, что наибольшую долю составляют низкоэнергетические дислокации с вектором Бюргерса \vec{b}_a , что полностью согласуется с результатами, полученными при исследовании титана, деформированного методом холодной прокатки (раздел 3.1). Следует также отметить, что этап приработки характеризуется значительными скачками в распределении дислокаций по векторам Бюргерса. Увеличение количества циклов трения до 35 сопровождается медленным нарастанием относительного количества низкоэнергетических дислокаций и снижением высокоэнергетических. В то же время, отрыв микрообъемов поверхностного слоя, происходящий в результате адгезионного взаимодействия элементов триботехнической пары, характеризуется снижением доли дислокаций с вектором \vec{b}_a и повышением доли дислокаций \vec{b}_c . Анализ результатов дифракционных исследований свидетельствует о том, что адгезионный срыв поверхностного слоя титанового сплава происходит также в интервале 70-80 циклов трения. Установлено, что распределение дислокаций по типам соответствует состоянию, имевшему место на начальных этапах трения. Это обстоятельство косвенно свидетельствует о том, что на данном этапе формируется структура, соответствующая не подвергнутому изнашиванию материалу.

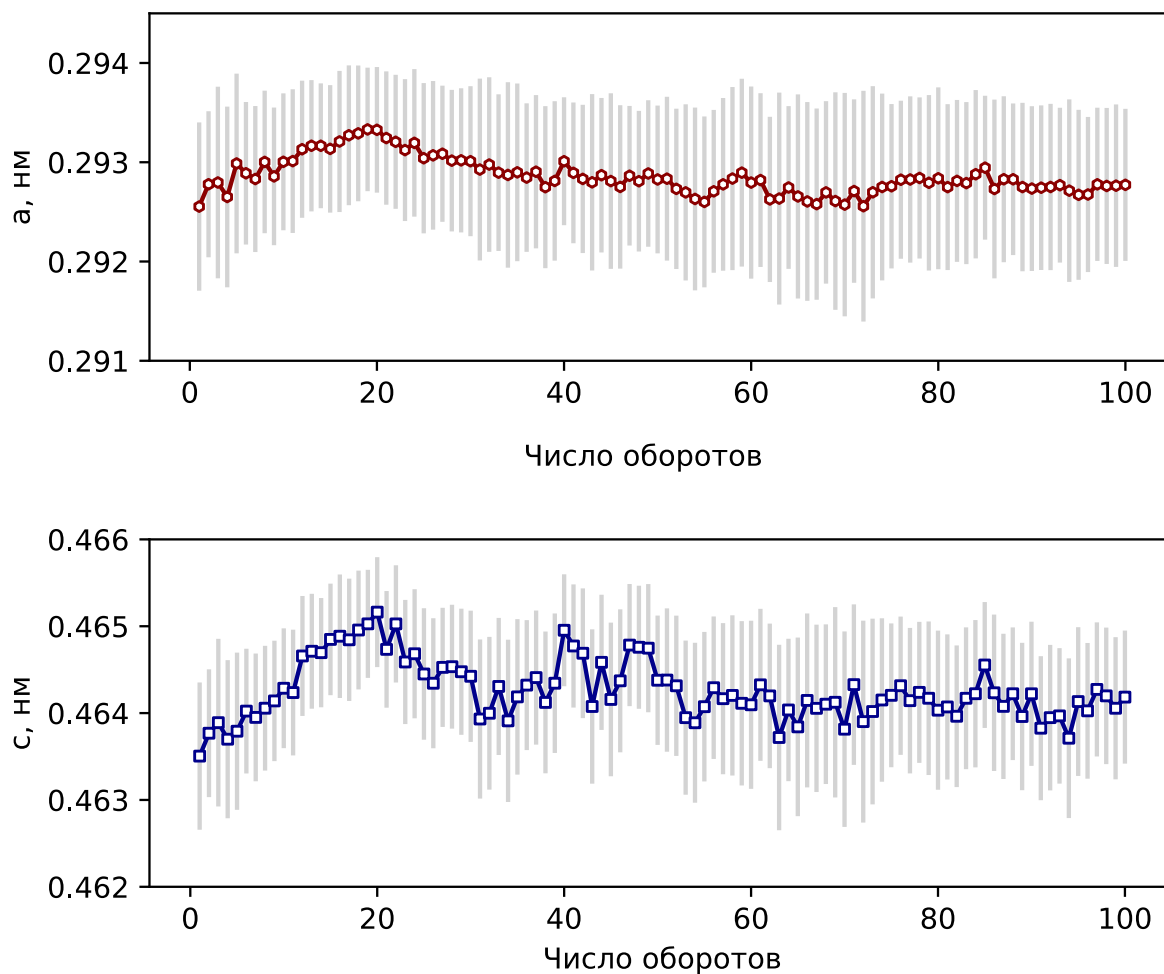


Рисунок 5.7 — Изменение параметров решетки α -фазы титанового сплава Ti_3Fe в процессе сухого трения

Расчеты, проведенные методом мУА, позволили выявить характер изменения плотности дислокаций, радиуса областей упругих искажений, размеров ОКР, а также взаиморасположения дислокаций. Результаты расчетов представлены на рисунках 5.9 и 5.10. В интервале от 0 до 30 оборотов образца плотность дислокаций существенно возрастает (рисунок 5.9). На этом же этапе существенно снижаются размеры ОКР и наблюдается рост постоянной Вилкенса (рисунок 5.10), что свидетельствует о формировании хаотично распределенных систем дислокаций. Значения параметра R_e на этапе приработки (до 20 циклов) изменяется скачкообразно (рисунок 5.9), однако на установившейся стадии трения стабилизируются на минимальном уровне. Именно на этом эта-

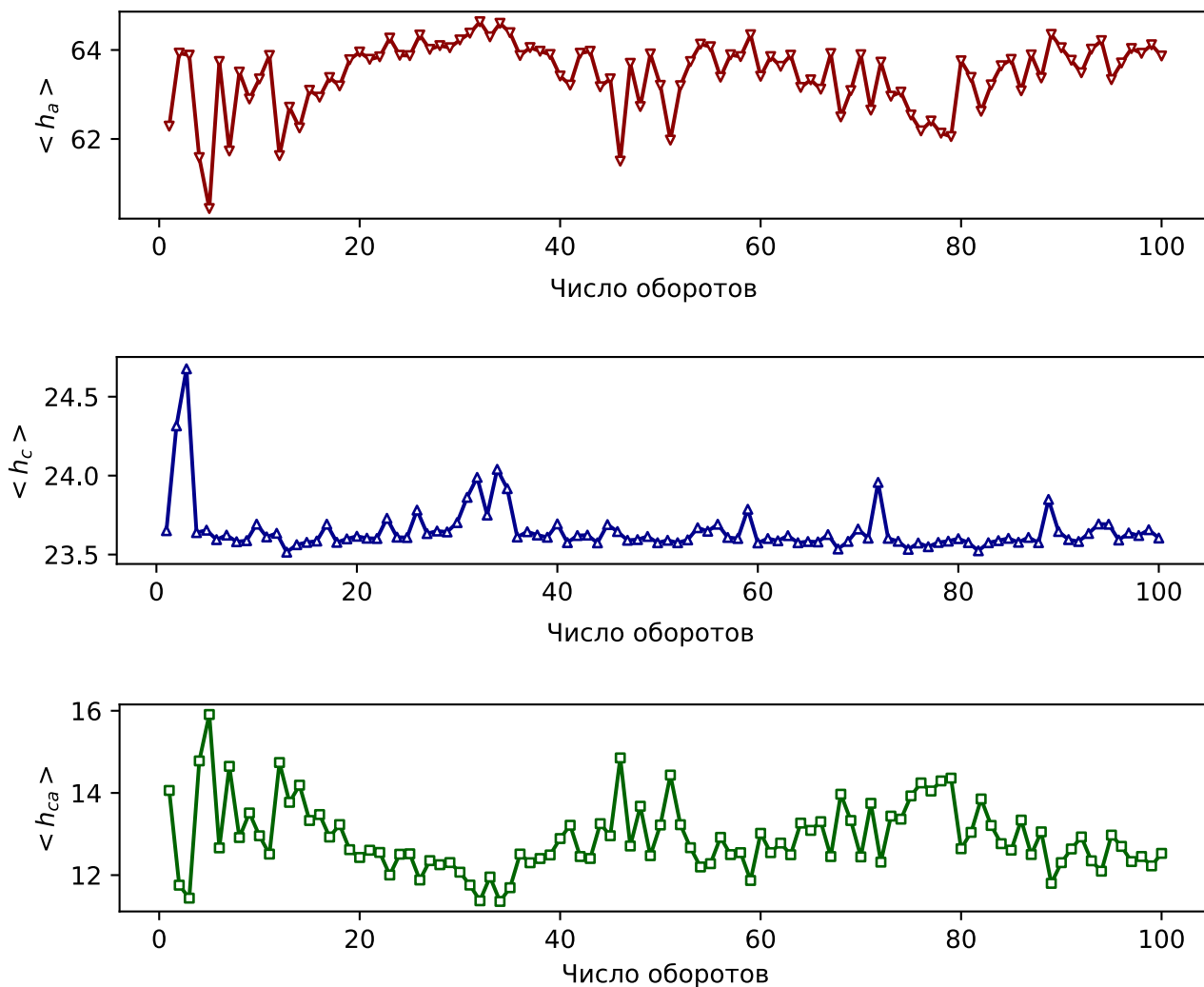


Рисунок 5.8 — Относительное распределение дислокаций с тремя основными векторами Бюргерса в α -титане в процессе сухого трения скольжения

пе (30 - 35 оборотов) зафиксированы локальный рост плотности дислокаций и снижение размеров ОКР по модели мВХ (рисунок 5.6). Результатом этих преобразований является максимальное упрочнение поверхностных слоев материала. В результате первого адгезионного срыва материала (25 - 50 циклов трения) зафиксировано некоторое снижение плотности дислокаций (до $25 \cdot 10^{14} \text{м}^{-2}$) без значительных изменений параметров R_e и $\langle x_{area} \rangle$. Однако в процессе второго срыва (70 - 80 циклов трения) размеры ОКР возрастают до значений, соответствующих начальному этапу трения.

Таким образом, структурные изменения в процессе сухого трения скольжения $\alpha+\beta$ -титанового сплава можно разбить на несколько основных стадий. Во-первых, на стадии приработки происходит значительное повышение степени

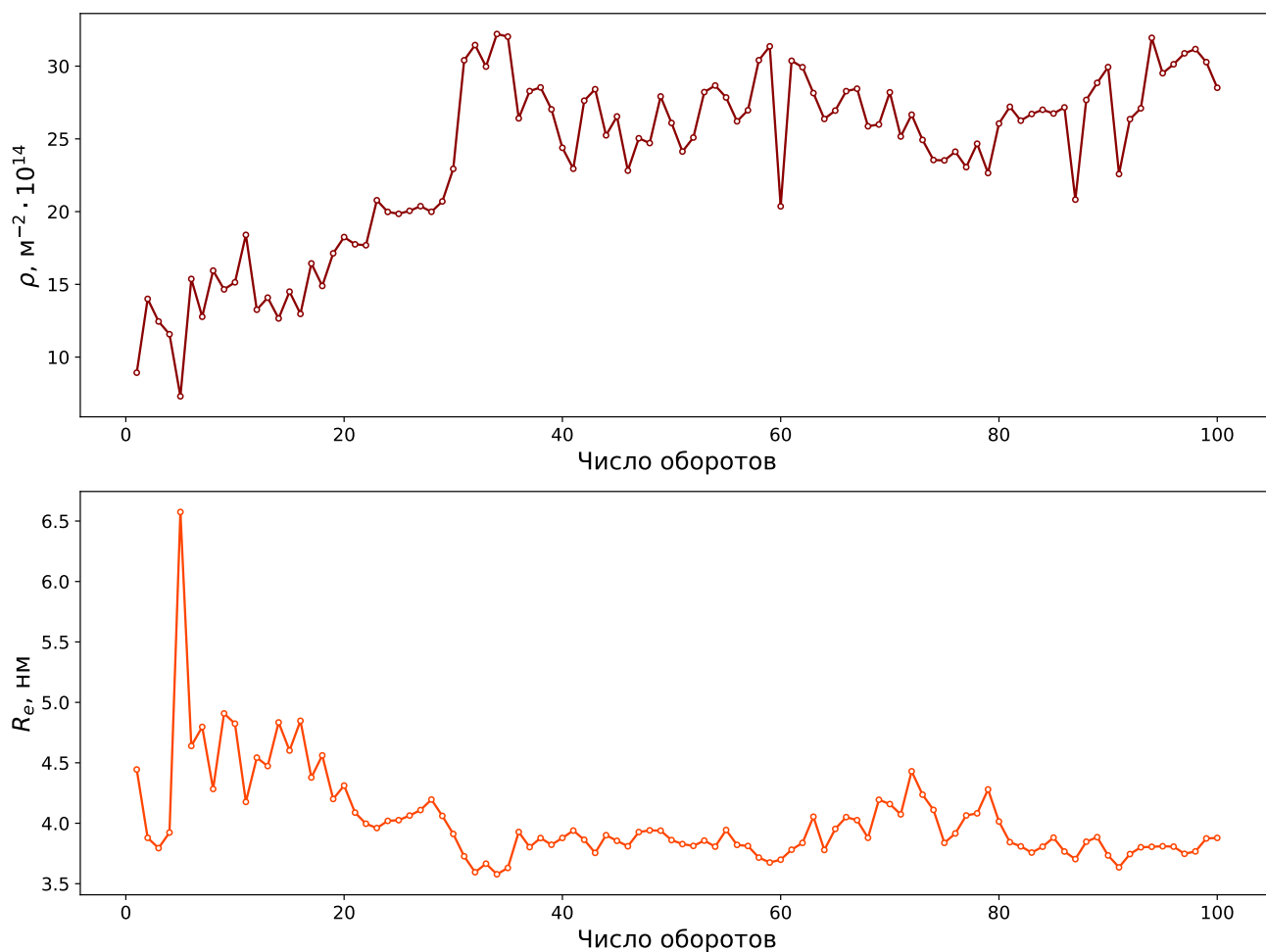


Рисунок 5.9 — Изменение плотности дислокаций (ρ) и среднего радиуса областей упругих искажений (R_e) α -фазы титанового сплава $Ti3Fe$ в процессе трения скольжения

дефектности структуры, проявляющееся в повышении плотности дислокаций и уменьшении размеров ОКР. Для данной стадии характерным является рост доли низкоэнергетических дислокаций. По окончании стадии приработки происходит периодический срыв слоев сильнодеформированного материала, в результате чего в контакт с контртелом вступают менее деформированные слои анализируемого сплава. Установившийся этап трения представляет собой последовательность процессов накопления дефектов дислокационного происхождения и последующей их релаксации путем отделения сильнодеформированных слоев. Циклическое повторение этих процессов отражается на профилях дифракционных максимумов.

Следует также отметить, что процесс трения скольжения существенно зависит от характера взаимодействия материалов, наличия смазки и других параметров. Полученные, при проведении исследований результаты описыва-

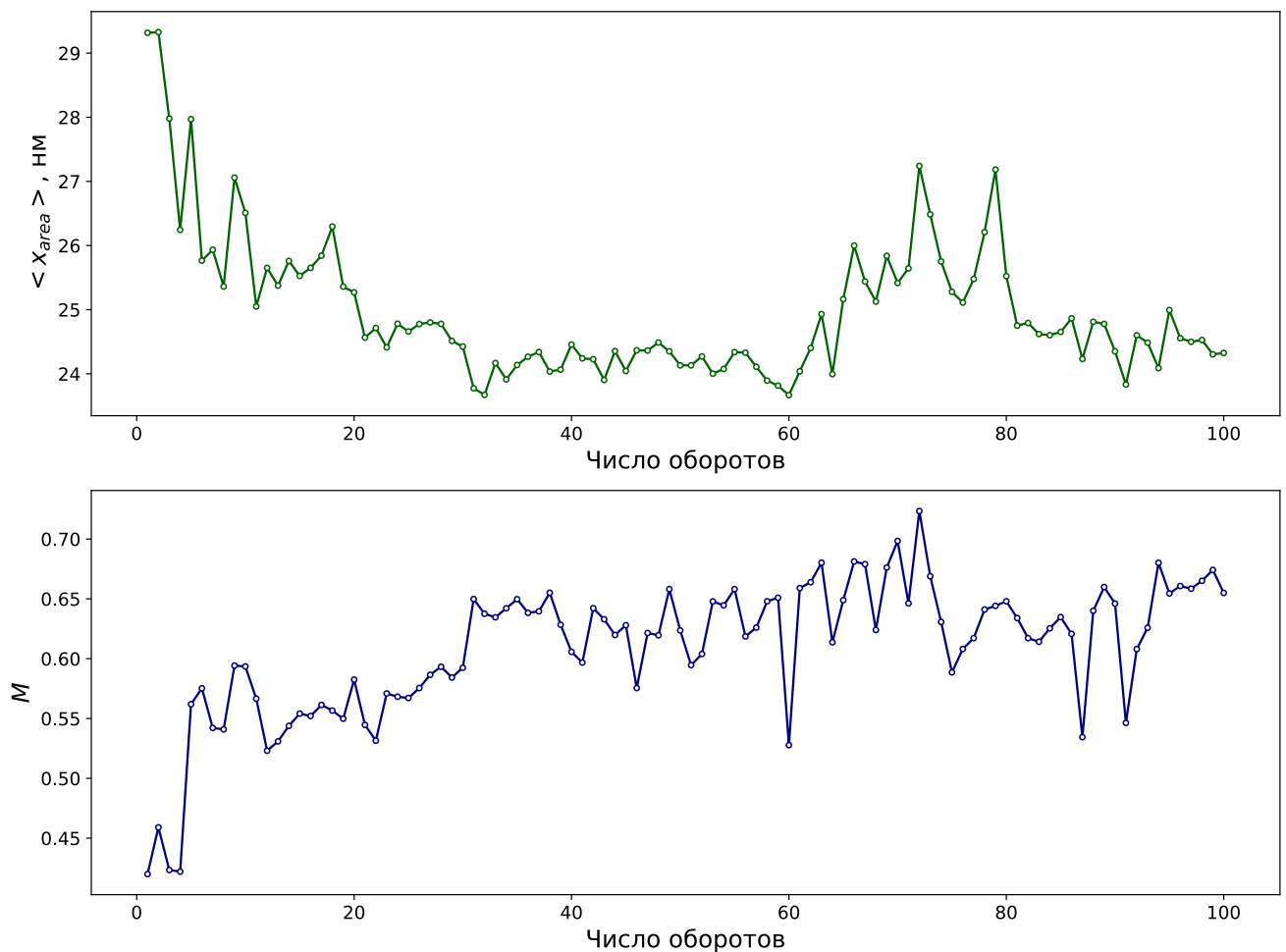


Рисунок 5.10 — Изменение размеров ОКР ($\langle x_{area} \rangle$) и постоянной Вилкенса (M) α -фазы титанового сплава Ti_3Fe в процессе трения

ют лишь один из механизмов эволюции структуры, соответствующий весьма жестким условиям изнашивания. Предложенный в данной работе подход целесообразно использовать для исследования процессов преобразования микроструктуры и при других режимах фрикционного взаимодействия.

Выводы по главе 5

1. Предложенный в работе подход по исследованию структурных преобразований в поверхностных слоях титановых сплавов в условиях сухого трения скольжения, основанный на сочетании дифракции синхротронного излучения и новых методов профильного анализа, позволяет эффективно оценивать характер структурных преобразований материалов в режиме *in-situ*.

На примере титанового сплава Ti_3Fe с использованием дифракции синхротронного излучения изучены особенности преобразований дислокационной

структуры в процессе испытаний на трение скольжения при реализации жесткого режима нагружения (давление в зоне контакта 87 МПа, скорость скольжения 0,47 мм/с, смазка отсутствует). С использованием данного подхода показано, что процесс накопления дефектов в поверхностных слоях титанового сплава реализуется в две стадии. Первая стадия длительностью 35-40 циклов (этап приработки) характеризуется ростом плотности дислокации (до $25 \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$) и снижением размеров ОКР (до 24 нм). Вторая стадия (установившееся трение) заключается в циклическом колебании плотности дислокаций и размеров ОКР вблизи значений, достигнутых на первом этапе.

2. Циклические колебания плотности дислокаций и размеров областей когерентного рассеяния на стадии установившегося трения обусловлены периодической сменой процессов деформационного упрочнения и адгезионным срывом поверхностных слоев титанового сплава, взаимодействующего с неподвижным контртелом. Анализ структурных преобразований, развивающихся в интенсивно деформируемых сплавах на основе титана в сочетании с локальным нагревом, свидетельствует о возможности проявления стационарного режима изнашивания, основанного на реализации замкнутого цикла «упрочнение - разупрочнение».

3. Этап приработки пары трения сопровождается существенными колебаниями в распределении дислокаций, характеризующихся различными векторами Бюргерса. Динамика плотности дислокаций, выявленная в рамках эксперимента, коррелирует с характером изменения коэффициента трения.

Глава 6 АПРОБАЦИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ИССЛЕДОВАНИЙ

6.1 Методические рекомендации по оценке дефектного состояния металлических сплавов с кристаллическими решетками гексагонального и кубического типов при нагреве и пластической деформации

Несмотря на то, что при изучении структуры пластически деформированных и термически обработанных материалов наиболее распространенными являются прямые методы исследований, такие как световая и электронная микроскопия, существует ряд косвенных методов, позволяющих быстро и эффективно получать данные о дефектном состоянии и фазовом составе материалов. Данные методы относятся к области рентгеноструктурного анализа и могут быть использованы при исследовании материалов с использованием как лабораторных дифрактометров, так и других источников рентгеновского излучения. В частности, эффективным является подход, основанный на использовании синхротронного излучения. В этом случае упрощается пробоподготовка материалов, снижается трудоемкость исследования и появляется возможность точечного исследования больших объемов материала, что позволяет оценивать состояние анализируемого объекта не только в одной определенной области, но также в разных его частях.

Представленные в данной главе методические рекомендации были выпущены в виде методического пособия (приложение Б) и переданы в АО «Институт прикладной физики», в базовый учебный научно-производственный центр «Технологии высокоресурсных авиационных конструкций» Филиала ПАО «Компания «Сухой» «Новосибирский авиационный завод имени В.П. Чкалова», а также в отдел испытаний материалов и элементов конструкций ФГУП «Сибирский научно-исследовательский институт авиации имени С.А. Чаплыгина» (приложение В).

6.1.1 Теоретическая основа методов оценки дефектного состояния материалов

Методы, описанные в данной методике, относятся к дифракционным профильным методам анализа структуры материалов. В их основе лежит

утверждение о том, что геометрические параметры дифракционных профилей зависят от таких характеристик материалов как размеры их структурных составляющих, а также плотности дислокаций. К наиболее простым и распространенным методам относится метод Вильямсона - Холла, позволяющий определять размеры структурных единиц (в рентгеноструктурном анализе - размеры областей когерентного рассеяния (ОКР)) и относительное искажение кристаллической решетки:

$$\Delta K = \frac{0.9}{D} + 2\varepsilon \cdot K, \quad (6.1)$$

где $K = 2 \sin \theta / \lambda$;

$\Delta K = \cos \theta \cdot 2\Delta\theta / \lambda$;

θ - половина угла дифракции кристаллографической плоскости (hkl) (положения дифракционного максимума);

λ - длина волны (нм);

ε - относительное искажение элементарной ячейки;

D - размер ОКР (нм).

Обладая рядом известных достоинств, метод Вильямсона - Холла характеризуется и некоторыми особенностями, ограничивающими его применение. Во-первых, при использовании данного метода для анализа поликристаллических материалов, симметрия которых ниже кубической, существенно возрастает ошибка определения структурных параметров. Во-вторых, данный метод позволяет определять лишь относительное искажение решетки, но ничего не дает характеристики конкретного дефектного состояния материала. Учитывая эти обстоятельства, целесообразно использовать другие методы профильного анализа дифрактограмм. В частности, определение плотности дислокаций и характера их относительного распределения возможно при комбинации ряда методов. К ним относятся модифицированные методы Вильямсона - Холла (мВХ) и Уоррена - Авербаха (мУА). Не смотря на значительные преимущества данных методов перед классическими, они существенно ограничены в своем использовании - кристаллическая решетка исследуемых материалов должна принадлежать кубической или гексагональной сингониям. Имеются и другие фундаментальные ограничения в использовании указанных методов. Так, исследуемый материал не должен обладать кристаллографической текстурой, т.е. любое кристаллографическое направление в нем должно быть

равновероятным. Кроме того, полноценный анализ дефектности структуры материалов требует информации о коэффициентах тензора упругости c_{11} , c_{12} и c_{44} (для кубической сингонии) и ряде аппроксимированных констант (для гексагональной сингонии). При отсутствии значений указанных параметров для сплавов, характеризующихся сложным химическим составом, полный анализ дефектного состояния модифицированными методами не представляется возможным.

Ниже представлен общий вид уравнений мВХ и мУА для кубической и гексагональной сингоний с расшифровкой всех используемых параметров.

мВХ (кубическая сингония):

$$\frac{\Delta K^2 - \alpha}{K^2} \simeq \beta \overline{C_{h00}}(1 + qH^2), \quad (6.2)$$

где $\alpha = (0.9/D)^2$;

$$\beta = \pi A^2 b^2 \rho / 2;$$

$\overline{C_{h00}}$ - средний контрастный фактор в направлении $[h00]$;

q - параметр, зависящий от упругих свойств материала;

$$H^2 = (h^2 k^2 + h^2 l^2 + k^2 l^2) / (h^2 + k^2 + l^2)^2;$$

b - средний вектор Бюргерса (нм);

ρ - плотность дислокаций (м^{-2});

A - постоянная.

мВХ (гексагональная сингония):

$$\frac{\Delta K^2 - \alpha}{K^2} \simeq \beta \overline{C_{hk.0}}(1 + q_1 x + q_2 x^2), \quad (6.3)$$

где $x = \left(\frac{2}{3}\right) \left(\frac{l}{ga}\right)^2$;

$\overline{C_{hk.0}}$ - средний контрастный фактор в направлении $[hk.0]$;

q_1, q_2 - параметры, зависящие от упругих свойств материала;

g - вектор дифракции (нм^{-1});

a - параметр решетки (нм).

мУА (кубическая сингония):

$$\ln A(L) = \ln A^S(L) - \frac{\pi \rho}{2} \cdot L^2 \ln\left(\frac{R_e}{L}\right) (\overline{g^2 C_{hkl} b^2}) + O \cdot (\overline{g^2 C_{hkl} b^2})^2, \quad (6.4)$$

где $A(L)$ - коэффициенты «реальной» части разложения Фурье рентгеновского профиля;

$A^S(L)$ - «размерный» вклад в коэффициенты Фурье (за счет размеров ОКР);

L - длина Фурье-преобразования (нм);

R_e - радиус областей упругих искажений дислокаций (нм).

мУА (гексагональная сингония):

$$\ln A(L) = \ln A^S(L) - \frac{\pi\rho}{2} \cdot L^2 \ln\left(\frac{R_e}{L}\right) (\overline{g^2 C_{hk.l} b^2}) + O \cdot (\overline{g^2 C_{hk.l} b^2})^2. \quad (6.5)$$

6.1.2 Анализ дислокационной структуры материалов с кристаллическими решетками гексагонального и кубического типов

В связи с тем, что именно дислокации являются самыми распространенными дефектами кристаллического строения металлических сплавов, которые оказывают наиболее существенное влияние на комплекс механических свойств материалов, контроль дислокационного строения сплавов, особенно на этапе холодной пластической деформации, имеет принципиальное значение. В данном разделе, под термином «дефектное состояние» имеются ввиду такие параметры структуры материала как плотность, тип и взаиморасположение дислокаций. Приведенные в данном разделе алгоритмы, обеспечивающие возможность оценки дефектного состояния материалов, реализованы на языке программирования *Python 3.x* с использованием библиотек *numpy*, *scipy*, *sympy*, *itertools* и *matplotlib*. Перед началом проведения всех приведенных ниже расчетов предварительно следует выполнить ряд действий:

- Провести дифракционный анализ материалов. Для этого возможно использование как лабораторных дифрактометров, так и источников синхротронного излучения.
- Провести профильный анализ интересующих фаз. Для этого может быть использовано различное программное обеспечение (например, *fityk*, *Topas*, *WinXPow*, *WinXRD*). Для получения более точных результатов рекомендуется выполнить операции вычитания фона и инструментального вклада. Сохраняемый файл должен иметь формат **.txt* и содержать три столбца: положение дифракционных максимумов, параметр ширины пиков (*FWHM*) и их индексы Миллера (*hkl*).

- Провести Фурье-преобразование использованных дифракционных максимумов (длина Фурье-преобразования максимумов не должна различаться). Сохраняемый файл должен иметь формат **.txt* и содержать два столбца: координата в Фурье-пространстве (L) и коэффициенты «реальной» части разложения Фурье ($A(L)$). Название файла должно иметь вид: « $n_hkl_K^2$ », где n - порядковый номер дифракционного максимума; hkl - соответствующие ему индексы Миллера; $K = \frac{2\sin\theta}{\lambda}$.
- Загрузить библиотеки *Methods* и *Functions*. Данные библиотеки содержат все необходимые для корректной работы программные методы и математические функции.

6.1.3 Алгоритм оценки дефектного состояния материалов с гексагональной симметрией

Результатом проводимых расчетов являются количественная оценка плотности дислокаций и размеров ОКР материала. Возможно определение дополнительных структурных параметров, связанных с дислокационной структурой материала (распределение дислокаций по векторам Бюргерса, пространственное распределение дислокаций).

1. Расчет экспериментальных параметров q_1 и q_2 с использованием модифицированного метода Вильямсона - Холла.

- Из библиотеки *XRDStructureAnalysisMethods* загрузить методы *HexagonalLatticeParameters* и *MWHHexagonal* (см. приложение А).
- Метод *HexagonalLatticeParameters* позволяет провести расчет параметров решетки фазы материала и возвращает четыре переменные: параметр a , параметр c , доверительный интервал определения параметра a и доверительный интервал параметра c ($p = 0,9$). Входными переменными данного метода являются *loadFile* и *wavelength*. Первая переменная имеет тип *string* и указывает путь к файлу с проведенным профильным анализом. Вторая переменная имеет тип *float* и определяет длину волны использованного излучения (в нм)
- Метод *MWHHexagonal* позволяет провести расчет мВХ. Входные параметры метода:
loadFile – путь к файлу профильного анализа;

wavelength – длина волны (нм);

latticeParameter – параметры решетки, определенные методом *HexagonalLatticeParameters*.

Метод *MWHHexagonal* возвращает четыре переменные: *size*, q_1 , q_2 , *rSquared*, которые определяют размер ОКР (нм), параметры q_1 и q_2 и ошибку аппроксимации R^2 .

2. Расчет распределения дислокаций по системам скольжения.

- Данная задача решается непосредственно в программе *BurgersVectorsCombinatoric* через командную строку и не требует импортирования модуля. Для решения необходимо импортировать файл формата **.txt*, содержащий два столбца значений: q_1 и q_2 , рассчитанных, согласно пункту 1. Данная программа содержит все необходимые фундаментальные параметры для решения задач, связанных с анализом технически чистых титана, циркония, цинка или магния.

3. Расчет среднего контрастного фактора дислокаций.

- Из библиотеки *XRDStructureAnalysisMethods* загрузить метод *HexagonalContrastFactor* (см. приложение А).

Входные переменные метода:

loadFile – путь к файлу профильного анализа;

qFile – путь к файлу с параметрами q_1 и q_2 (см. пункт 2);

atticeFile – путь к файлу с параметрами решетки;

combinatoricFile – путь к файлу решения комбинаторной задачи из пункта 2;

wavelength – длина волны (нм).

Данный метод возвращает параметр $\overline{C_{hk.l}b^2}$, который является произведением средних значений контрастного фактора и вектора Бюргерса для каждого из дифракционных максимумов. Параметр $\overline{C_{hk.l}b^2}$ используется при реализации дальнейших расчетов.

4. Анализ дислокационной структуры с использованием модифицированного метода Уоррена - Авербаха.

- Решение данной задачи не требует импортирования модуля, а решается непосредственно в программах *MWASize* и *MWADistortions* (управление через командную строку). Для

решения необходимо импортировать файлы, содержащие рентгенограммы и Фурье-преобразования пиков. В ходе решения возможна корректировка количества точек, необходимых для проведения анализа методом мУА.

6.1.4 Пример реализации алгоритма по оценке структурного состояния материала с решеткой гексагонального типа

Используя приведенный выше алгоритм, были рассчитаны параметры дефектной структуры гексагонального α -титана. Было показано, что плотность дислокаций материала при эффективной степени деформации $56,8 \pm 0,2$ % составляет $35 \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$. При этом в сплаве наиболее распространены дислокации с вектором Бюргерса \vec{b}_a (рисунок 3.8). Холодная прокатка при этой степени приводит к снижению размеров ОКР до 35 нм и образованию упорядоченных дислокационных построений (рисунок 3.9). Следует подчеркнуть, что плотность дислокаций и размеры ОКР, определенные с использованием описанного выше алгоритма, хорошо коррелируют с классическими моделями упрочнения (рисунок 3.10).

6.2 Экспериментальная установка для проведения *in-situ* исследований материалов триботехнического назначения с использованием синхротронной микродифрактометрии

Классические методы исследования структуры материалов, такие как световая микроскопия, растровая и просвечивающая электронная микроскопия, профилометрия позволяют фиксировать уже произошедшие структурные изменения, обусловленные термической обработкой, деформацией, трением или каким-либо другим технологическим воздействием. Зачастую подготовка объектов исследования занимает достаточно много времени и представляет сложную задачу, особенно при анализе небольших по размеру объемов материала. Необходимо также учитывать возможность образования структурных дефектов в процессе подготовки объектов исследования. Избежать значительной части этих проблем позволяет подход, основанный на исследовании структуры материала непосредственно в процессе технологического эксперимента, т.е. в режиме *in-situ*. Однако, проведение такого рода исследований возможно лишь при использовании специального оборудования.

В рамках данной диссертационной работы разработана экспериментальная установка, предназначенная для проведения *in-situ* исследований материалов триботехнического назначения с использованием метода синхротронной микродифрактометрии (приложение Г). Данная установка была безвозмездно передана в пользование *European Synchrotron Radiation Facility (ESRF, г. Гренобль, Франция)* для выполнения научно-исследовательских работ по проведению *in-situ* исследований на линии *ID13* (приложение Д). Далее представлено описание триботехнической установки.

6.2.1 Устройство и принцип функционирования установки

Экспериментальная установка предназначена для исследования эволюции структурного состояния металлических сплавов непосредственно в процессе их изнашивания по схеме трения скольжения. Данная установка была разработана с целью использования на линии *ID13 (Microfocus Beamline)* международного синхротрона *ESRF* (г. Гренобль, Франция). С учетом конструктивных особенностей линии *ID13 ESRF* в программном пакете *SOLIDWORKS* была разработана компьютерная модель установки для *in-situ* исследований эволюции структуры металлических материалов в процессе сухого трения скольжения. Форма образца, а также изображения разработанной модели представлены на рисунках 6.1 - 6.5. Экспериментальная установка обеспечивает возможность получения дифракционных картин в непосредственной близости от зоны трения материала. Образец из исследуемого сплава выполнен в виде цилиндра диаметром 10 мм и высотой 20 мм. Поверхность трения на торце образца имеет форму кольца шириной 2 мм (рисунок 6.1). На втором торце образца профрезерован паз, обеспечивающий передачу крутящего момента от электропривода.

Образец (позиция 1 на рисунке 6.2), устанавливается в цанговый зажим и закрепляется гайкой (2). Зажим обеспечивает соосность цилиндрической поверхности образца с валом серводвигателя (3). Комплектный сервопривод обеспечивает плавное регулирование угловой скорости вращения образца в диапазоне от 0,1 до 3000 мин⁻¹. Установка оснащена горизонтальным (4) и наклонным (5) столами. Наклон установки позволяет проводить дифракционные эксперименты в геометрии скользящего пучка с заданным углом скольжения. Угол наклона стола регулируется в пределах от 0 до 7 ° тремя парами гаек (6) и упором (7), закрепленным на неподвижном основании. На наклонном столе



Рисунок 6.1 — Модель образца для *in-situ* исследований эволюции структуры титановых сплавов в процессе сухого трения скольжения

зафиксирован неподвижный корпус (8) с установленными на нем двумя линейными подшипниками качения (9). По линейным подшипникам перемещаются профильные рельсовые направляющие (10), прикрепленные к подвижному корпусу (11) с вмонтированным в него серводвигателем (позиция 3). Подвижный корпус установки перемещается вдоль линейных подшипников качения под действием тонкого металлического троса (12). Один конец троса которого жестко закреплен в подвижном корпусе, а другой связан с кронштейном (13), прикрепленным к подвижному линейному подшипнику (14).

Система нагружения, обеспечивающая усилие прижима кольцевой поверхности трения образца к неподвижному индентору (15), смонтирована на качающейся платформе (16). Платформа обеспечивает горизонтальное положение корзины с грузом (17) при изменении угла между наклонным и горизонтальным столами. Платформа (16) после ее установки в необходимое положение крепится к неподвижному корпусу (8) болтами (18). Корзина подвешена на рычаге (19) с разностью в плечах 5 : 1, что позволяет разместить в корзине груз меньшей массы. Под действием груза, помещаемого в корзину, рычаг, перемещаясь вниз, давит на ролики (20). Ролики представляют

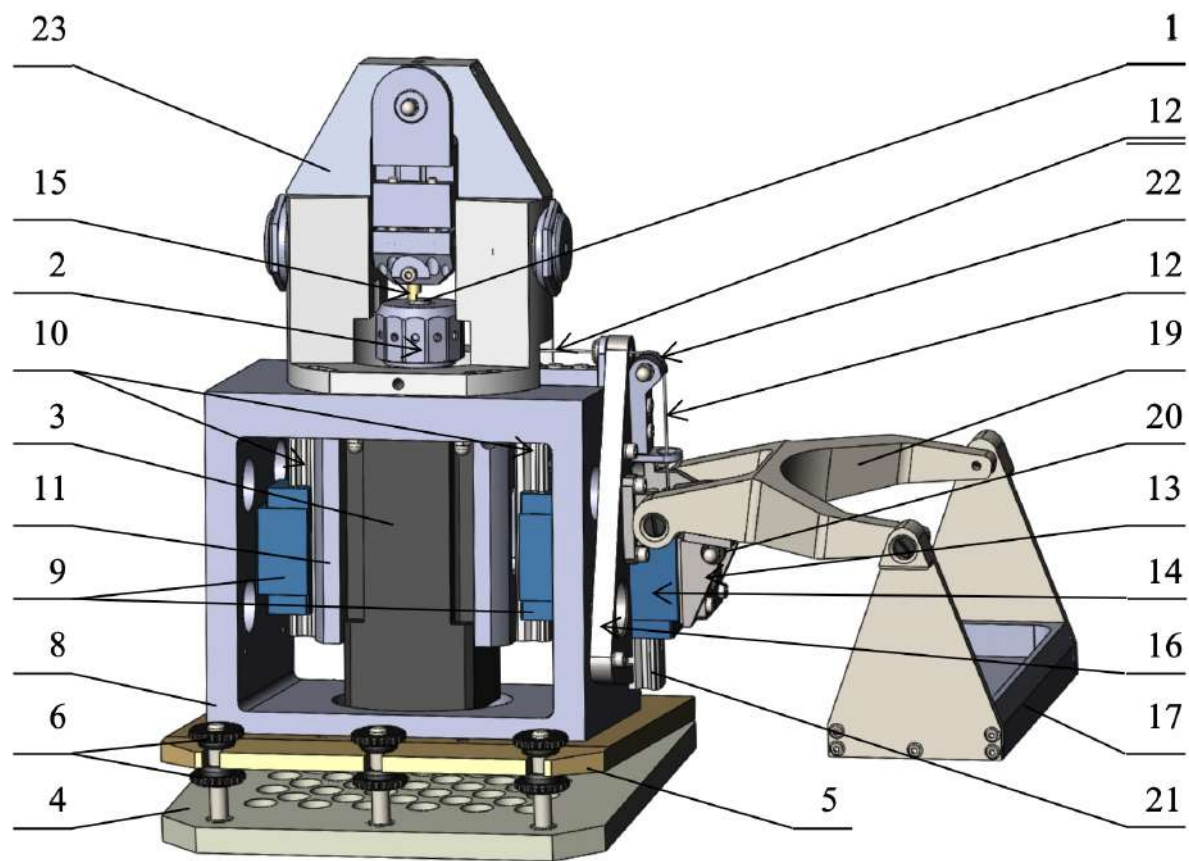


Рисунок 6.2 — Модель установки для *in-situ* исследований эволюции структуры поверхностных слоев металлических материалов в процессе сухого трения скольжения

собой подшипники качения, установленные на цапфах оси кронштейна (13), прикрепленного к подвижному линейному подшипнику качения (14), который перемещается по вертикальной рельсовой направляющей (21). Тросик (12), закрепленный на кронштейне (13), посредством рычага передает усилие на подвижный корпус (11) через ролики (22).

Важнейшим элементом установки является переключатель (позиция 23 на рисунках 6.2 - 6.4, а также рисунок 6.5). Корпус переключателя (24) крепится к неподвижному корпусу установки болтами через пазы (25), позволяющие разворачивать ее относительно образца. Переключатель служит для закрепления индентора (15) и тензометрических датчиков силы (26 – 28). Тензометрический датчик силы прижима образца к индентору (25) зафиксирован в верхней части держателя индентора (27). Возможность поворота верхней части держателя индентора (29) вокруг оси (30) позволяет передавать усилия, возникающие в процессе трения скольжения, на тензометрические датчики (26) и (28). Пред-

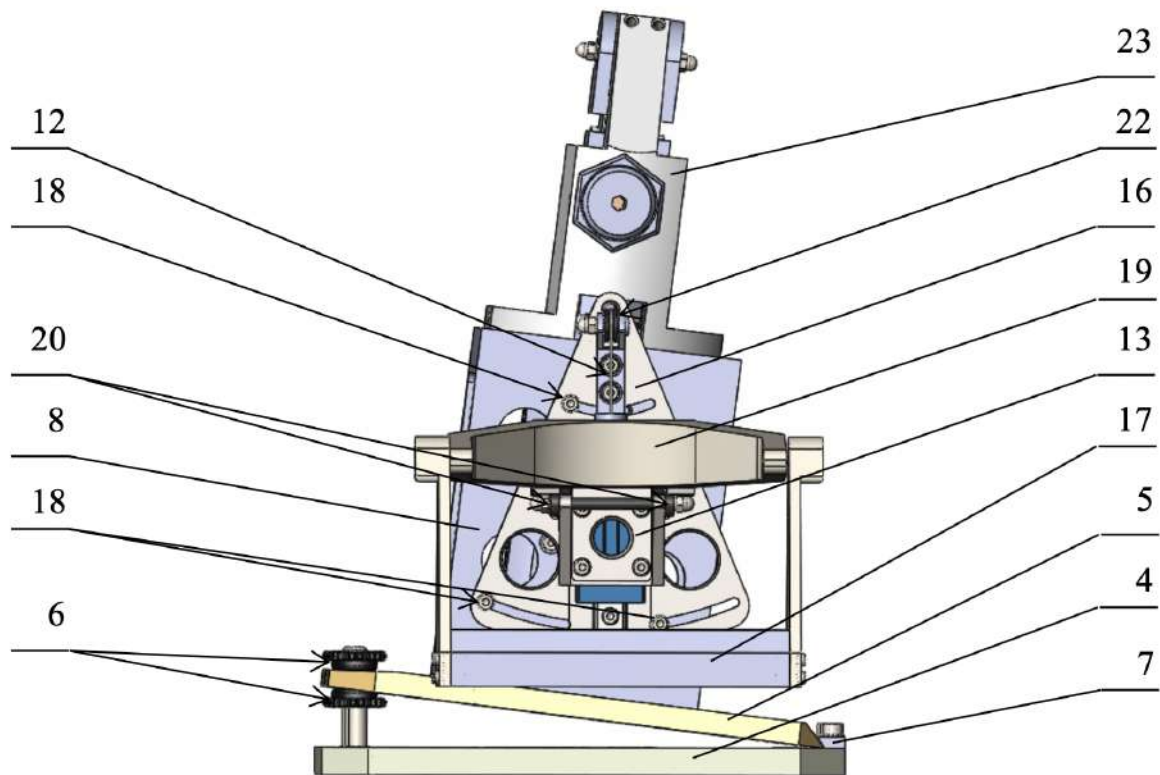


Рисунок 6.3 — Модель установки для *in-situ* исследований эволюции структуры поверхностных слоев металлических материалов в процессе сухого трения скольжения (боковой вид)

варительно датчики нагружаются винтовыми прижимами (31) до значений нагрузки, большей, чем сила трения. Положение винтовых опор фиксируется контргайками (32). Нижняя часть держателя индентора (33) перемещается в вертикальном направлении по четырем направляющим штифтам. Это перемещение, ограниченное конструктивно, служит для передачи усилия прижима образца к индентору и на наконечник тензометрического датчика (27). В нижней части держателя индентора расположены три впрессованные твердосплавные опоры (34). При взаимодействии кольцевой поверхности образца с индентором сила трения, возникающая в зоне контакта, изменяет показания датчиков (26) и (28). При этом датчик (28) показывает увеличение силы, а датчик (26) ее уменьшение на ту же величину. Пересчет сил, действующих с учетом величины плеча рычага между осью (30) и рабочим торцом индентора (15), а также с учетом величины плеча рычага между осью (30) и наконечниками датчиков позволяет фиксировать силу трения в процессе исследования.

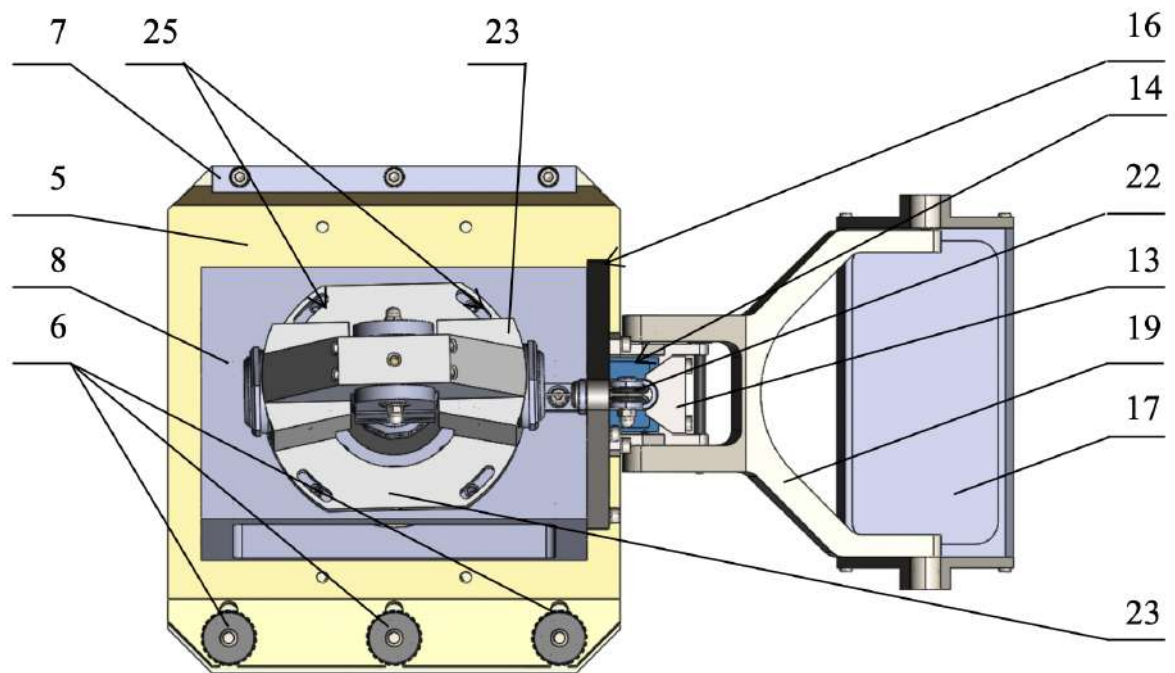


Рисунок 6.4 — Модель установки для *in-situ* исследований эволюции структуры поверхностных слоев металлических материалов в процессе сухого трения скольжения (вид сверху)

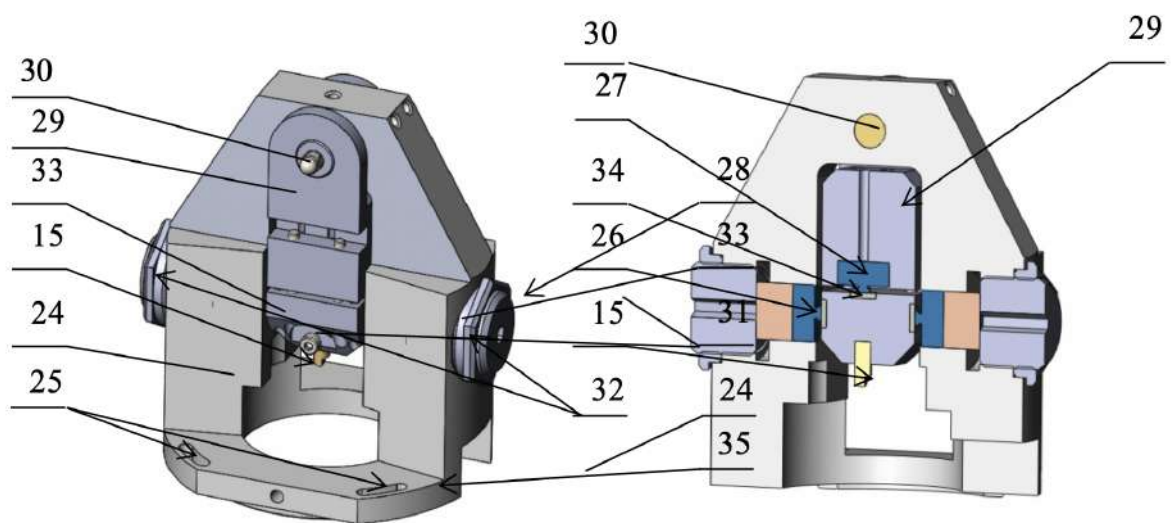


Рисунок 6.5 — Общий вид и разрез модели перекладки с закрепленным индентором и датчиками силы

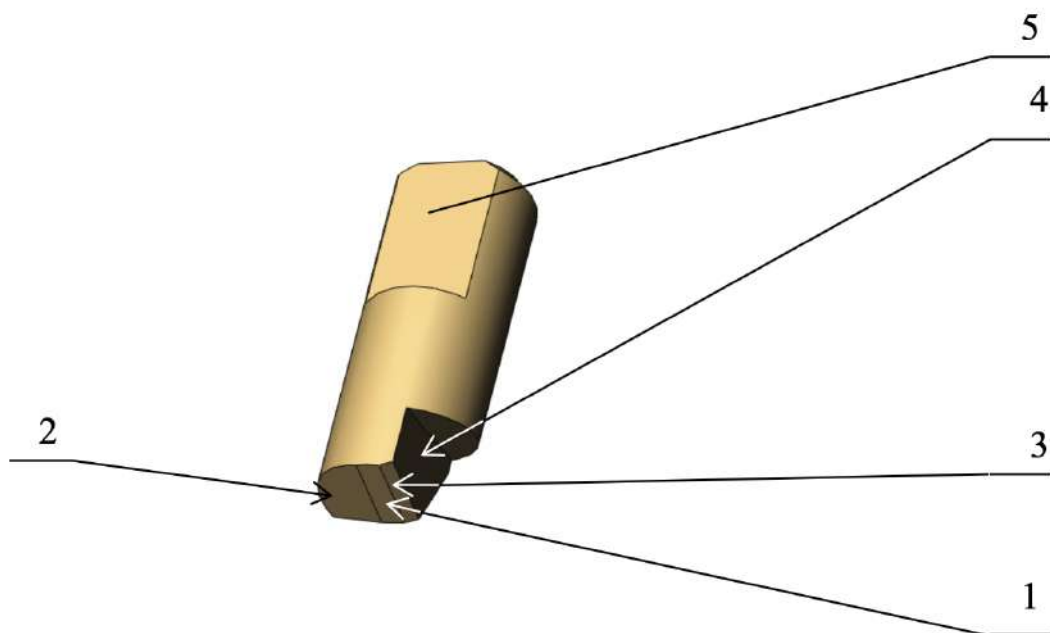


Рисунок 6.6 — Модель индентора для *in-situ* исследований эволюции структуры титановых сплавов в процессе сухого трения скольжения

Конструкция индентора (рисунок 6.6) предусматривает наличие площадки трения (1) шириной 1 мм. Диаметр индентора, равный 6 мм, обеспечивает перекрытие кольцевого торца образца. Для исключения врезания индентора в образец предусмотрена заходная часть (2), сформированная под углом 10° к площадке трения. Исключение скола индентора при больших усилиях прижима обеспечивает фаска (3) величиной 0,5 мм под углом 30° к плоскости кольцевого торца. Лыска (4) дает возможность прохождения дифрагированного рентгеновского излучения в непосредственной близости от зоны деформации трением и минимизирует эффект «тени» на двухкоординатном детекторе, что позволяет получать дифрактограммы с малым временем запаздывания после деформации. Лыска (5) позволяет фиксировать индентор в нижней части держателя (33) таким образом, что при повороте корпуса перекладины вокруг кольцевого выступа (позиция 35 на рисунке 6.5) площадка трения не меняет своего положения. Такое решение обеспечивает постоянство площади контакта образца с индентором. Поскольку индентор изготовлен из металлокерамического твердого сплава, его износом в течение эксперимента можно пренебречь.

Преимущество схемы трения по торцу образца малого диаметра заключается в возможности обеспечения достаточного по величине крутящего момента на образце при больших усилиях прижима (в отсутствии редуктора между

двигателем и образцом). Исключение редукции позволяет минимизировать вибрации на вращающемся образце. Следует, однако, отметить, что недостатком такой схемы является полуторакратная разность в линейных скоростях трения на периферии кольца трения и на его внутреннем диаметре. С учетом малого диаметра луча (1-2 мкм) и достаточной жесткости конструкции установки различием скоростей на пятне падения пучка можно пренебречь.

Управление триботехнической установкой осуществляется с использованием микроконтроллера *Raspberry 3B+*. Наличие обратной связи с сервоприводом позволяет получать данные о скорости и моменте вращения. Микроконтроллер используется также для регистрации усилий с тензодатчиков и контроля момента времени запуска установки (рисунок 6.7). Подобная схема позволяет не только фиксировать возникающие в процессе трения усилия, но также и синхронизировать время запуска установки и начало съемки дифракционных картин. Таким образом обеспечивается повышенная точность при последующей программной обработке получаемых массивов данных.

6.3 Использование результатов диссертационной работы в учебном процессе

Результаты исследований, представленные в диссертации, используются в учебных курсах «Материаловедение», «Физические методы исследования материалов» и «Математическое моделирование и современные проблемы наук о материалах и процессах», читаемых в Новосибирском государственном техническом университете (приложение Е).

Выводы по главе 6

1. На основании результатов исследований, выполненных в диссертационной работе, разработаны методические рекомендации по оценке дислокационной структуры металлических материалов в различных условиях внешнего воздействия. Предложенный алгоритм оценки дефектного состояния применим к сплавам на основе титана, подвергнутых пластической деформации и термическому воздействию. Методические рекомендации переданы в акционерное общество «Институт прикладной физики», в филиал ПАО «Компания «Сухой» «Новосибирский авиационный завод им. В.П. Чкалова» и в Сибирский научно-исследовательский институт им. С.А. Чаплыгина.

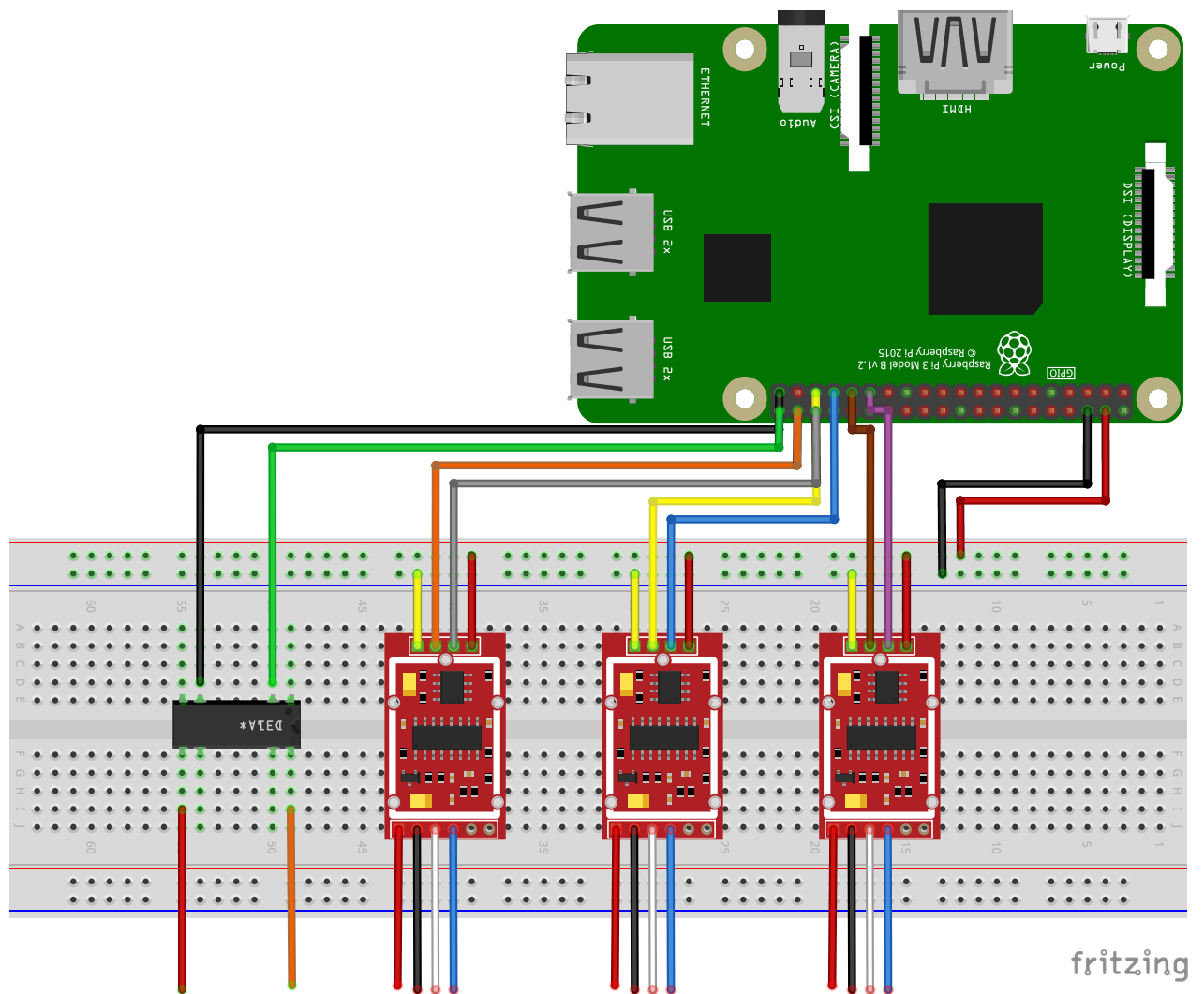


Рисунок 6.7 — Схема подключения аналого-цифровых преобразователей (АЦП) и электромеханического реле к микроконтроллеру для регистрации данных тензодатчиков и контроля запуска установки. Приведен пример практической реализации схемы с использованием микроконтроллера *Raspberry 3B+*, трех АЦП *MAX3375* и реле *TRR1A05F00*. Схема создана с использованием программного обеспечения *Fritzing* [130]

2. Разработана оригинальная триботехническая установка, позволяющая проводить испытания материалов в условиях трения скольжения с одновременным исследованием дислокационной структуры поверхностных слоев методом дифракции синхротронного излучения. Оборудование установлено в Международном исследовательском центре *ESRF* (г. Гренобль, Франция) и используется при изучении процессов изнашивания металлических материалов различного типа. Режим исследования *in-situ* обеспечивает возможность контроля с высокой точностью за структурными изменениями в различных условиях внешнего воздействия.

3. Полученные в работе результаты используются в учебном процессе Новосибирского государственного технического университета при подготовке бакалавров и магистров, обучающихся по направлению 22.03.01 – «Материаловедение и технологии материалов» и 28.03.02 – «Наноинженерия» (дисциплины «Материаловедение», «Физические методы исследования материалов» и «Математическое моделирование и современные проблемы наук о материалах и процессах»).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Предложенный в работе подход, основанный на сочетании методов дифракционного профильного анализа и численного моделирования, позволяет с высокой точностью оценивать структурные преобразования титановых сплавов, реализуемых в различных условиях внешнего воздействия, в том числе и в эксплуатации. Главными достоинствами данного подхода являются высокая точность результатов, малая продолжительность исследований, возможность исследования микрообъемов материала, построения карт распределения структурных параметров и проведения исследований в режиме *in-situ*. Полученные в рамках диссертационной работы результаты свидетельствуют о широких перспективах применения данного подхода для анализа структурных преобразований, происходящих при реализации технологических процессов, используемых в современном машиностроительном производстве.

2. Высокая анизотропия упругих свойств кристаллической решетки α -титана является причиной появления существенных погрешностей при анализе структурных параметров холоднодеформированного сплава ВТ1-0 с использованием классических методов дифракционного профильного анализа. Показано, что подход, основанный на использовании методов профильного анализа данных дифракции рентгеновского излучения, учитывающих влияние анизотропии упругих искажений решетки вокруг дислокаций на форму дифракционных максимумов, является наиболее эффективным при анализе дислокационной структуры данного сплава.

3. Путем линейного сканирования синхротронным пучком образца α' -титанового сплава $Ti_{13}Nb_{13}Zr$, деформированного методом кручения под высоким давлением, установлено, что вблизи центра диска формируется зона, с повышенной плотностью дислокаций в α' -фазе по сравнению с его периферийной областью. Показано, что в данной области происходит формирование β - и ω -титана. Особенности распределения фаз и плотности дислокаций в интенсивно деформированном материале коррелируют с уровнем его микротвердости.

4. С использованием подхода, основанного на двумерном сканировании синхротронным пучком, построена карта распределения структурных параметров в продольном срезе стержня технически чистого титана, подвергнутого высокоскоростному удару о стальную преграду. Установлено, что вблизи его

наиболее нагруженного торца формируется замкнутая область с пониженной плотностью дислокаций, причина появления которой обусловлена интерференцией деформационных волн, распространяющихся в образце. Возможность формирования данной области подтверждена результатами математического моделирования.

5. С использованием метода дифракции синхротронного излучения в режиме *in-situ* проведена количественная оценка структурных изменений холоднодеформированных титановых сплавов ВТ1-0 и $Ti45Nb$ на различных стадиях термического воздействия. Показано, что начальные стадии нагрева этих сплавов (до 300 °С) сопровождаются слабым ростом плотности дислокаций. На последующих стадиях происходит уменьшение плотности дефектов с формированием упорядоченных дислокационных построений. Возможность повышения плотности дислокаций на начальных стадиях нагрева материала подтверждена с использованием математического моделирования процесса методом молекулярной динамики. Выявлена корреляция механических свойств, в частности предела прочности и микротвердости с параметрами структуры сплавов, рассчитанными методами мВХ и мУА.

6. Методом дифракционного профильного анализа показано, что при нагреве сплава $Ti45Nb$ на температурном интервале 400 - 495 °С происходит активное сближение параллельных краевых дислокаций и образование дислокационных построений, характеризующихся высокими упругими деформациями. При последующем повышении температуры данные построения преобразуются в дислокационные стенки. Возможность этой дислокационной перестройки обоснована с использованием расчётов, основанных на континуальной теории дислокаций.

7. С использованием метода дифракции синхротронного излучения в режиме *in-situ* показано, что в процессе сухого трения скольжения титанового сплава $Ti3Fe$ реализуемом в жестком режиме нагружения (давление в зоне контакта 87 МПа, скорость скольжения 0,47 мм/с, смазка отсутствует) накопление дефектов в поверхностных слоях данного сплава происходит в две стадии. Первая стадия (продолжительностью 35-40 циклов) характеризуется интенсивным ростом плотности дислокации (до $25 \cdot 10^{-14} \text{ м}^{-2}$) и снижением размеров ОКР (до 24 нм). В течение второй стадии происходят циклические колебания плотности дислокаций и размеров ОКР, обусловленные периодической сменой

процессов деформационного упрочнения и адгезионным срывом поверхностных слоев титанового сплава, взаимодействующего с неподвижным контртелом.

8. Возможности новых методов профильного анализа позволяют эффективно оценивать дислокационную структуру материалов на стадиях их обработки и при последующей эксплуатации изделий. Разработанные в рамках диссертационной работы методики исследований и алгоритмы расчетов применимы к ряду титановых сплавов в условиях деформационного, термического и иных воздействий и могут быть реализованы с использованием как стандартных дифрактометров, так и источников синхротронного излучения. Полученные в работе результаты используются в учебном процессе Новосибирского государственного технического университета при подготовке бакалавров и магистров, обучающихся по инженерным направлениям 22.03.01 – «Материаловедение и технологии материалов» и 28.03.02 – «Наноинженерия» (дисциплины «Материаловедение», «Физические методы исследования материалов» и «Математическое моделирование и современные проблемы наук о материалах и процессах»).

9. В рамках диссертационной работы разработана оригинальная трибо-техническая установка, обеспечивающая возможность проведения с высокой точностью испытаний материалов в условиях трения скольжения с одновременным исследованием структуры их поверхностных слоев методом дифракции синхротронного излучения в режиме *in-situ*. Оборудование установлено в Международном исследовательском центре *ESRF* (г. Гренобль, Франция) и используется при изучении процессов изнашивания металлических материалов различного типа.

Перспективы дальнейшей разработки темы

Результаты исследований, приведенные в представленной к защите работе, свидетельствует об эффективности подходов к проблеме исследования дислокационной структуры металлических материалов, основанных на использовании дифракции синхротронного излучения. На примере титановых сплавов показана возможность изучения особенностей преобразований, обусловленных пластической деформацией и нагревом сплавов, находящихся в различном структурно-фазовом состоянии. Показана эффективность триботехнических исследований материалов в сочетании с изучением структуры в режиме *in-situ* с использованием источников синхротронного излучения.

Перспективы дальнейшего развития исследований связаны с расширением номенклатуры титановых сплавов, а также с использованием в качестве объектов исследования сплавов на основе железа, меди и алюминия. В настоящее время эти исследования развиваются на кафедре материаловедения в машиностроении Новосибирского государственного технического университета. Предполагается проведение более длительных триботехнических испытаний с использованием менее жестких режимов нагружения материалов. Запланировано продолжение исследований материалов на немецком исследовательском синхротроне *DESY* (Германия, г. Гамбург) и в международном исследовательском центре *ESRF* (Франция, г. Гренобль). Одна из перспективных задач связана с разработкой новых типов триботехнических установок, обеспечивающих более высокую точность исследований.

В соответствии с национальной программой «Наука» предполагается строительство в Новосибирске источника синхротронного излучения 4-го поколения СКИФ, параметры которого будут одними из наиболее высоких в мире. Запуск первых шести исследовательских станций предусмотрен в декабре 2024 года. Продолжение исследований на российском синхротроне позволит развить направление исследований материалов триботехнического назначения. Эффективным является использование режима *in-situ* при изучении структурных преобразований, происходящих в процессе обработки материалов давлением. Целесообразна разработка оригинального оборудования, обеспечивающего возможность проведения такого рода исследований.

Одно из перспективных направлений исследований связано с развитием методов профильного анализа рентгенограмм в применении к машиностро-

ительным материалам различных типов. Особое внимание будет уделено сочетанию методов дифракции синхротронного излучения и математического моделирования процессов, развивающихся в различных условиях внешнего воздействия.

СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ И УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ

b	вектор Бюргера
\bar{C}	средний дислокационный контрастный фактор
D	размер ОКР, согласно моделям ВХ и мВХ
ε	относительное искажение элементарной ячейки
ε_{eff}	степень эффективной пластической деформации
g	вектор дифракции
$\left. \begin{matrix} h_a \\ h_c \\ h_{ca} \end{matrix} \right\}$	относительные доли дислокаций с векторами Бюргера \vec{b}_a , \vec{b}_c и \vec{b}_{ca}
$\left. \begin{matrix} h \\ k \\ l \end{matrix} \right\}$	
K	координата обратного пространства
L	длина Фурье-преобразования
λ	длина волны
M	постоянная Вилкенса
ρ	плотность дислокаций
R_e	радиус области упругих искажений вокруг дислокации
σ	механические напряжения
$\langle x_{area} \rangle$	размер ОКР, согласно модели мУА
FWHM	ширина дифракционного максимума на уровне половинной амплитуды (англ. « <i>full width at half maximum</i> »)
ГПУ	гексагональная плотнейшая упаковка
ОЦК	объемоцентрированная кубическая решетка
ЭДУ	энергия дефектов упаковки
ОКР	область когерентного рассеяния
ВХ	метод Вильямсона - Холла
УА	метод Уоррена - Авербаха
мВХ	модифицированный метод Вильямсона - Холла
мУА	модифицированный метод Уоррена - Авербаха

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Кан, Р. Физическое материаловедение. В 3-х т. Том 3. Дефекты кристаллического строения, механические свойства металлов и сплавов / Под ред. Р. Кана. [Текст] / Р. Кан. — Москва : МИР, 1968. — 484 с.
2. Физическое материаловедение: Учебник для вузов. В 6-и т. Том 4. Физические основы прочности. Радиационная физика твердого тела. Компьютерное моделирование / Под общей ред. Б.А. Калина. [Текст] / Б. А. Калинин, Ю. А. Годин, Ф. В. Тенишев, В. В. Новиков. — Москва : МИФИ, 2008. — 696 с.
3. Тушинский, Л. И. Структурная теория конструктивной прочности материалов: Монография [Текст] / Л. И. Тушинский. — Новосибирск : Изд-во НГТУ, 2004. — 400 с.
4. Масштабная классификация кристаллических тел и ее обоснование [Текст] / Э. В. Козлов, Ю. Ф. Иванов, Л. Н. Игнатенко, Н. А. Конева // Функционально-механические свойства материалов и их компьютерное конструирование. — Псков, 1993. — С. 90—99.
5. Андриевский, Р. А. Размерные эффекты в нанокристаллических материалах. II. Механические и физические свойства [Текст] / Р. А. Андриевский, А. М. Глезер // Физика металлов и металловедение. — 2000. — Т. 89, № 1. — С. 91—112.
6. Хоникомб, Р. Пластическая деформация металлов [Текст] / Р. Хоникомб. — Москва : МИР, 1972. — 408 с.
7. Зиман, Д. Электроны в металлах (Введение в теорию поверхностей Ферми) [Текст] / Д. Зиман // Успехи физических наук. — 1962. — Т. 78, № 10. — С. 291—306.
8. Frenkel, J. A. Zur theorie der elastizitätsgrenze und der festigkeit kristallinischer körper [Текст] / J. A. Frenkel // Zeitschrift für Physik. — 1926. — Vol. 37, no. 7/8. — P. 572—609.
9. Koneva, N. A. Nature of substructural hardening [Текст] / N. A. Koneva, E. V. Kozlov // Soviet Physics Journal. — 1982. — Vol. 25, no. 8. — P. 681—691.

10. Конева, Н. А. Физическая природа стадийности пластической деформации [Текст] / Н. А. Конева, Э. В. Козлов // Известия вузов. Физика. — 1990. — Т. 33, № 2. — С. 89—106.
11. Сторожев, М. В. Теория обработки металлов давлением [Текст] / М. В. Сторожев, Е. А. Попов. — Москва : Машиностроение, 1977. — 423 с.
12. Маркушев, М. В. К вопросу об эффективности некоторых методов интенсивной пластической деформации, предназначенных для получения объемных наноструктурных материалов [Текст] / М. В. Маркушев // Письма о материалах. — 2011. — Т. 1, № 1. — С. 36—42.
13. Valiev, R. High-resolution transmission electron microscopy of nanocrystalline materials [Текст] / R. Valiev, R. S. Musalimov // Physics of Metals and Metallography. — 1994. — Vol. 78, no. 6. — P. 666—670.
14. Русин, Н. М. Исследование особенностей пластического течения алюминиевых сплавов при равноканальной угловой экструзии [Текст] / Н. М. Русин // Физическая мезомеханика. — 2003. — Т. 6, № 5.
15. Zhilyaev, A. P. Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications [Текст] / A. P. Zhilyaev, T. G. Langdon // Progress in Materials science. — 2008. — Vol. 53, no. 6. — P. 893—979.
16. Evolution of misorientation distribution during warm 'abc'forging of commercial-purity titanium [Текст] / S. Y. Mironov, G. A. Salishchev, M. M. Myshlyaev, R. Pippan // Materials Science and Engineering: A. — 2006. — Vol. 418, no. 1/2. — P. 257—267.
17. Колубаев, Е. А. Особенности формирования структуры сварного соединения, полученного сваркой трением с перемешиванием [Текст] / Е. А. Колубаев // Современные проблемы науки и образования. — 2013. — № 6. — С. 887—887.
18. Валиев, Р. З. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией [Текст] / Р. З. Валиев, И. В. Александров. — Москва : Логос, 2000. — 272 с.
19. Humphreys, F. J. Recrystallization and related annealing phenomena [Текст] / F. J. Humphreys, M. Hatherly. — Elsevier, 2012. — 658 p.

20. Meyers, M. A. Dynamic behavior of materials [Текст] / М. А. Meyers. — John Wiley & Sons, 1994. — 688 p.
21. Towards better understanding of explosive welding by combination of numerical simulation and experimental study [Текст] / I. Bataev, S. Tanaka, Q. Zhou, D. Lazurenko, A. Jorge Junior, A. Bataev, K. Hokamoto, A. Mori, P. Chen // Materials and Design. — 2019. — Vol. 169, March. — P. 107649.
22. Zukas, Д. А. Динамика удара [Текст] / Д. А. Zukas, Т. Николас, Х. Ф. Свифт. — Москва : МИР, 1985. — 296 с.
23. Plastic deformation of high-purity α -titanium : Model development and validation using the Taylor cylinder impact test [Текст] / B. Revil-baudard, O. Cazacu, P. Flater, G. Kleiser // Mechanics of Materials. — 2015. — Jan. — Vol. 80. — P. 264—275.
24. Drury, M. Fluid assisted recrystallization in upper mantle peridotite xenoliths from kimberlites [Текст] / M. Drury, H. V. Roermund // Journal of Petrology. — 1989. — Vol. 30, no. 1. — P. 133—152.
25. Karato, S.-i. The role of recrystallization in the preferred orientation of olivine [Текст] / S.-i. Karato // Physics of the Earth and Planetary Interiors. — 1988. — Vol. 51, no. 1—3. — P. 107—122.
26. Hess, H. Seismic anisotropy of the uppermost mantle under oceans [Текст] / H. Hess // Nature. — 1964. — Vol. 203, no. 4945. — P. 629.
27. Creep and plasticity of glacier ice: a material science perspective [Текст] / P. Duval, M. Montagnat, F. Grennerat, J. Weiss, J. Meyssonier, A. Philip // Journal of Glaciology. — 2010. — Vol. 56, no. 200. — P. 1059—1068.
28. Budd, W. A review of ice rheology for ice sheet modelling [Текст] / W. Budd, T. Jacka // Cold Regions Science and Technology. — 1989. — Vol. 16, no. 2. — P. 107—144.
29. Dynamic recrystallization and texture development in ice as revealed by the study of deep ice cores in Antarctica and Greenland [Текст] / S. De La Chapelle, O. Castelnaud, V. Lipenkov, P. Duval // Journal of Geophysical Research: Solid Earth. — 1998. — Vol. 103, B3. — P. 5091—5105.

30. Chen, F. Modeling the Dynamic Recrystallization: A Modified Cellular Automaton Method [Текст] / F. Chen, Z. Cui // Proceedings of the 6th International Conference on Recrystallization and Grain Growth (ReX&GG 2016). — Springer. 2016. — P. 57–62.
31. Yamanaka, A. Grain Growth in a System Containing Finely Dispersed Mobile Second-Phase Particles: A GPU-Accelerated Multi-Phase-Field Study [Текст] / A. Yamanaka, M. Okamoto // Proceedings of the 6th International Conference on Recrystallization and Grain Growth (ReX&GG 2016). — Springer. 2016. — P. 29–34.
32. Горелик, С. С. Рекристаллизация в металлах и сплавах [Текст] / С. С. Горелик. — Москва : МИР, 1981. — 479 с.
33. Лари́ков, Л. Н. Залечивание дефектов в металлах [Текст] / Л. Н. Лари́ков. — Киев : Наукова думка, 1980. — 279 с.
34. Hallberg, H. Approaches to modeling of recrystallization [Текст] / H. Hallberg // Metals. — 2011. — Vol. 1, no. 1. — P. 16–48.
35. Джонсон, К. Л. Пластическое течение поверхностей при циклическом качении и скольжении [Текст] / К. Л. Джонсон // Трение и износ. — 1992. — № 6. — С. 1112–1115.
36. Самоорганизация вторичных структур при трении [Текст] / И. С. Гершман, Н. А. Буше, А. Е. Миронов, В. А. Никифоров // Трение и износ. — 2003. — Т. 24, № 3. — С. 329–334.
37. Mecking, H. Kinetics of flow and strain-hardening [Текст] / H. Mecking, U. Kocks // Acta Metallurgica. — 1981. — Vol. 29, no. 11. — P. 1865–1875.
38. Gray III, G. T. High-strain-rate deformation: mechanical behavior and deformation substructures induced [Текст] / G. T. Gray III // Annual Review of Materials Research. — 2012. — Vol. 42. — P. 285–303.
39. Mughrabi, H. The α -factor in the Taylor flow-stress law in monotonic, cyclic and quasi-stationary deformations: Dependence on slip mode, dislocation arrangement and density [Текст] / H. Mughrabi // Current Opinion in Solid State and Materials Science. — 2016. — Vol. 20, no. 6. — P. 411–420.
40. Basinski, Z. Forest hardening in face centred cubic metals [Текст] / Z. Basinski // Scripta Metallurgica. — 1974. — Vol. 8, no. 11. — P. 1301–1307.

41. Меркулова, Г. А. *Металловедение и термическая обработка цветных сплавов* [Текст] / Г. А. Меркулова. — Красноярск : СФУ, 2012. — 320 с.
42. MgO-doped tantalum coating on Ti: microstructural study and biocompatibility evaluation [Текст] / M. Roy, V. K. Balla, A. Bandyopadhyay, S. Bose // *ACS applied materials & interfaces*. — 2012. — Vol. 4, no. 2. — P. 577–580.
43. Biomaterial properties of titanium in dentistry [Текст] / S. Prasad, M. Ehrenberger, M. P. Gibson, H. Kim, E. A. Monaco // *Journal of Oral Biosciences*. — 2015. — Vol. 57, no. 4. — P. 192–199.
44. Ab-initio and experimental study of phase stability of Ti-Nb alloys [Текст] / J. J. Gutierrez Moreno, M. Bonisch, N. T. Panagiotopoulos, M. Calin, D. G. Papageorgiou, A. Gebert, J. Eckert, G. A. Evangelakis, C. E. Lekka // *Journal of Alloys and Compounds*. — 2017. — Vol. 696. — P. 481–489.
45. Effect of quenching temperature on structure and properties of titanium alloy: Physicomechanical properties [Текст] / A. Popov, A. Illarionov, S. Stepanov, O. Ivasishin // *The Physics of Metals and Metallography*. — 2014. — Vol. 115, no. 5. — P. 517–522.
46. Ильин, А. *Титановые сплавы. Состав, структура, свойства. Справочник*. [Текст] / А. Ильин, Б. Колачев, П. И.С. — Москва : ВИЛС-МАТИ, 2009. — 520 с.
47. Коллинз, Е. В. *Физическое металловедение титановых сплавов* [Текст] / Е. В. Коллинз. — Москва : Металлургия, 1988. — 224 с.
48. Колачев, Б. А. *Металловедение и термическая обработка цветных металлов и сплавов* [Текст] / Б. А. Колачев, Л. В.А., Е. В. И. — Москва : Металлургия, 1981. — 416 с.
49. Kunze, E. *Korrosion und Korrosionsschutz* [Текст] / E. Kunze. — Wiley-VCH, 2009. — 3900 p.
50. Momma, K. An integrated three-dimensional visualization system VESTA using wxWidgets [Текст] / K. Momma, F. Izumi // *Commission on Crystallogr. Comput., IUCr Newsllett.* — 2006. — Vol. 7. — P. 106–119.
51. McHargue, C. J. Effects of Solid Solution Alloying on the Cold-Rolled Texture of Titanium [Текст] / C. J. McHargue, S. Adair, J. P. Hammond // *Transactions of the American Institute of Mining and Metallurgical Engineers*. — 1953. — Vol. 197, no. 9. — P. 1199–1203.

52. Influence of Zr content on phase transformation, microstructure and mechanical properties of Ti75- xNb25Zrx (x= 0–6) alloys [Текст] / Y. Zhou, Y. Li, X. Yang, Z. Cui, S. Zhu // Journal of Alloys and Compounds. — 2009. — Vol. 486, no. 1/2. — P. 628–632.
53. X-ray diffraction analysis of Ti-18 mol% Nb based shape memory alloys containing 3d transition metal elements [Текст] / Y. Horiuchi, T. Inamura, H. Y. Kim, S. Miyazaki, K. Wakashima, H. Hosoda // Materials transactions. — 2006. — Vol. 47, no. 4. — P. 1209–1213.
54. Ming, L.-C. Phase transformations in the Ti-V system under high pressure up to 25 GPa [Текст] / L.-C. Ming, M. Manghnani, K. Katahara // Acta Metallurgica. — 1981. — Vol. 29, no. 3. — P. 479–485.
55. Tromans, D. Elastic anisotropy of HCP metal crystals and polycrystals [Текст] / D. Tromans // Int. J. Res. Rev. Appl. Sci. — 2011. — Vol. 6, no. 4. — P. 462–483.
56. Mesomechanical Modeling and Numerical Simulation of the Diffraction Elastic Constants for Ti6Al4V Polycrystalline Alloy [Текст] / Q. Chen, L. Liu, C. Zhu, K. Chen // Metals. — 2018. — Vol. 8, no. 10. — P. 822.
57. Elastic properties of single-crystalline ω phase in titanium [Текст] / M. Tane, Y. Okuda, Y. Todaka, H. Ogi, A. Nagakubo // Acta Materialia. — 2013. — Vol. 61, no. 20. — P. 7543–7554.
58. Knowles, K. M. The directional dependence of elastic stiffness and compliance shear coefficients and shear moduli in cubic materials [Текст] / K. M. Knowles, P. R. Howie // Journal of Elasticity. — 2015. — Vol. 120, no. 1. — P. 87–108.
59. Li, Y. Relations between elastic constants C_{ij} and texture parameters for hexagonal materials [Текст] / Y. Li, R. B. Thompson // Journal of applied physics. — 1990. — Vol. 67, no. 5. — P. 2663–2665.
60. Сиротин, Ю. И. Основы кристаллофизики [Текст] / Ю. И. Сиротин, М. П. Шаскольская. — М. : Наука, 1975. — 638 с.
61. Dragomir, I. Contrast factors of dislocations in the hexagonal crystal system [Текст] / I. Dragomir, T. Ungár // Journal of Applied Crystallography. — 2002. — Vol. 35, no. 5. — P. 556–564.

62. Klimanek, P. X-ray diffraction line broadening due to dislocations in non-cubic materials. I. General considerations and the case of elastic isotropy applied to hexagonal crystals [Текст] / P. Klimanek, R. Kužel // Journal of applied crystallography. — 1988. — Vol. 21, no. 1. — P. 59–66.
63. Kubin, L. Dislocations, mesoscale simulations and plastic flow [Текст]. Vol. 5 / L. Kubin. — Oxford University Press, 2013. — 320 p.
64. Полухин, П. И. Физические основы пластической деформации металлов [Текст] / П. И. Полухин, С. С. Горелик, В. К. Воронцов. — Москва : Металлургия, 1982. — 584 с.
65. Гордиенко, А. И. Структурные и фазовые превращения в титановых сплавах при быстром нагреве [Текст] / А. И. Гордиенко, А. А. Шипко. — Минск : Наука и техника, 1983. — 335 с.
66. Колачѐв, Б. А. Физическое металловедение титана [Текст] / Б. А. Колачѐв. — Москва : Металлургия, 1976. — 184 с.
67. Носкова, Н. И. Дефекты и деформация монокристаллов [Текст] / Н. И. Носкова. — Екатеринбург : УрО РАН, 1995. — 184 с.
68. Орлов, А. Н. Введение в теорию дефектов в кристаллах [Текст] / А. Н. Орлов. — Москва : Высшая школа, 1983. — 144 с.
69. Influence of ECAP routes on the microstructure and properties of pure Ti [Текст] / V. V. Stolyarov, Y. T. Zhu, I. V. Alexandrov, T. C. Lowe, R. Z. Valiev // Materials Science and Engineering: A. — 2001. — Vol. 299, no. 1/2. — P. 59–67.
70. On the importance of crystallographic texture in the biocompatibility of titanium based substrate [Текст] / M. Hoseini, P. Bocher, A. Shahryari, F. Azari, J. A. Szpunar, H. Vali // Journal of Biomedical Materials Research - Part A. — 2014. — Vol. 102, no. 10. — P. 3631–3638.
71. Mechanical properties, structural and texture evolution of biocompatible Ti–45Nb alloy processed by severe plastic deformation [Текст] / A. Panigrahi, B. Sulkowski, T. Waitz, K. Ozaltin, W. Chrominski, A. Pukenas, J. Horky, M. Lewandowska, W. Skrotzki, M. Zehetbauer // Journal of the mechanical behavior of biomedical materials. — 2016. — Vol. 62. — P. 93–105.

72. Godley, R. Corrosion behavior of a low modulus β -Ti-45 % Nb alloy for use in medical implants [Текст] / R. Godley, D. Starosvetsky, I. Gotman // Journal of Materials Science in Medicine. — 2006. — Vol. 17. — P. 63–67.
73. Surface treatment, corrosion behavior, and apatite-forming ability of ti-45Nb implant alloy [Текст] / P. F. Gostin, A. Helth, A. Voss, R. Sueptitz, M. Calin, J. Eckert, A. Gebert // Journal of Biomedical Materials Research - Part B Applied Biomaterials. — 2013. — Vol. 101 B, no. 2. — P. 269–278.
74. Surface modification of Ti45Nb alloy with an alkylphosphonic acid self-assembled monolayer [Текст] / G. Zorn, I. Gotman, E. Y. Gutmanas, R. Adadi, G. Salitra, C. N. Sukenik // Chemistry of Materials. — 2005. — Vol. 17, no. 16. — P. 4218–4226.
75. Zorn, G. Oxide formation on low modulus Ti45Nb alloy by anodic versus thermal oxidation [Текст] / G. Zorn, A. Lesman, I. Gotman // Surface and Coatings Technology. — 2006. — Vol. 201, no. 3/4. — P. 612–618.
76. Enhancement of mechanical properties of biocompatible Ti–45Nb alloy by hydrostatic extrusion [Текст] / K. Ozaltin, W. Chrominski, M. Kulczyk, A. Panigrahi, J. Horiky, M. Zehetbauer, M. Lewandowska // Journal of Materials Science. — 2014. — Vol. 49, no. 20. — P. 6930–6936.
77. Influence of testing orientation on mechanical properties of Ti45Nb deformed by high pressure torsion [Текст] / B. Völker, N. Jäger, M. Calin, M. Zehetbauer, J. Eckert, A. Hohenwarter // Materials & Design. — 2017. — Vol. 114. — P. 40–46.
78. Boyer, R. Titanium for aerospace: Rationale and applications [Текст] / R. Boyer // Advanced Performance Materials. — 1995. — Vol. 2, no. 4. — P. 349–368.
79. Boyer, R. The use of β titanium alloys in the aerospace industry [Текст] / R. Boyer, R. Briggs // Journal of Materials Engineering and Performance. — 2005. — Vol. 14, no. 6. — P. 681–685.
80. Ultrasonic velocity measurements for characterizing the annealing behaviour of cold worked austenitic stainless steel [Текст] / P. Palanichamy, M. Vasudevan, T. Jayakumar, S. Venugopal, B. Raj // NDT & E International. — 2000. — Vol. 33, no. 4. — P. 253–259.

81. Recrystallization of pure copper investigated by calorimetry and microhardness [Текст] / G. Benchabane, Z. Boumerzoug, I. Thibon, T. Gloriant // Materials characterization. — 2008. — Vol. 59, no. 10. — P. 1425–1428.
82. Valiev, R. Nanostructuring of metals by severe plastic deformation for advanced properties [Текст] / R. Valiev // Nature materials. — 2004. — Vol. 3, no. 8. — P. 511.
83. Chakkedath, A. In-situ observations of recrystallization and microstructural evolution in cerium-containing rolled magnesium alloys [Текст] / A. Chakkedath, D. Hernández-Escobar, C. J. Boehlert // International Journal of Lightweight Materials and Manufacture. — 2018. — Vol. 1, no. 4. — P. 256–264.
84. Brisset, F. In situ electron backscatter diffraction investigation of recrystallization in a copper wire [Текст] / F. Brisset, A.-L. Helbert, T. Baudin // Microscopy and Microanalysis. — 2013. — Vol. 19, no. 4. — P. 969–977.
85. In Situ EBSD Investigation of Recrystallization in a Partially Annealed and Cold-Rolled Aluminum Alloy of Commercial Purity [Текст] / A.-L. Helbert, W. Wang, F. Brisset, T. Baudin, R. Penelle // Advanced Engineering Materials. — 2012. — Vol. 14, no. 1/2. — P. 39–44.
86. In-situ observation of recrystallization in an AlMgScZr alloy using confocal laser scanning microscopy [Текст] / J. Tändl, S. Nambu, A. Orthacker, G. Kothleitner, J. Inoue, T. Koseki, C. Poletti // Materials characterization. — 2015. — Vol. 108. — P. 137–144.
87. Williamson, G. X-ray line broadening from filed aluminium and wolfram [Текст] / G. Williamson, W. Hall // Acta metallurgica. — 1953. — Vol. 1, no. 1. — P. 22–31.
88. Warren, B. The effect of cold-work distortion on X-ray patterns [Текст] / B. Warren, B. Averbach // Journal of applied physics. — 1950. — Vol. 21, no. 6. — P. 595–599.
89. Ungár, T. The effect of dislocation contrast on x-ray line broadening: A new approach to line profile analysis [Текст] / T. Ungár, A. Borbély // Applied Physics Letters. — 1996. — Vol. 69, no. 21. — P. 3173–3175.
90. Krivoglaz, M. A. Theory of X-Ray and Thermal Neutron Scattering by Real Crystals [Текст] / M. A. Krivoglaz. — Springer US, 1969. — 405 p.

91. Wilkens, M. The determination of density and distribution of dislocations in deformed single crystals from broadened X-ray diffraction profiles [Текст] / M. Wilkens // Physica status solidi (a). — 1970. — Vol. 2, no. 2. — P. 359—370.
92. Wilkens, M. Theoretical aspects of kinematical X-ray diffraction profiles from crystals containing dislocation distributions (Fourier transform of X ray diffraction line profiles from crystals with dislocations) [Текст] / M. Wilkens // NBS Fundamental Aspects of Dislocation Theory. — 1970. — Vol. 2.
93. Forouzanmehr, N. The analysis of severely deformed pure Fe structure aided by X-ray diffraction profile [Текст] / N. Forouzanmehr, M. Nili-Ahmadabadi, M. Bönisch // The Physics of Metals and Metallography. — 2016. — Vol. 117, no. 6. — P. 624—633.
94. Characterization of the microstructure of severely deformed titanium by X-ray diffraction profile analysis [Текст] / J. Gubicza, I. C. Dragomir, G. Ribárik, Y. T. Zhu, R. Valiev, T. Ungár // Materials Science Forum. Vol. 414. — Trans Tech Publ. 2003. — P. 229—234.
95. A two step SPD processing of ultrafine-grained titanium [Текст] / V. Stolyarov, Y. Zhu, T. Lowe, R. Islamgaliev, R. Valiev // Nanostructured Materials. — 1999. — Vol. 11, no. 7. — P. 947—954.
96. Ribárik, G. Modeling of Diffraction Patterns Based on Microstructural Properties [Текст] : PhD thesis / Ribárik Gábor. — Eötvös Loránd University, 2008.
97. Ungár, T. Dislocation model of strain anisotropy [Текст] / T. Ungár // Powder Diffraction. — 2008. — Vol. 23, no. 2. — P. 125—132.
98. Ungár, T. The effect of dislocation contrast on X-ray line profiles in untextured polycrystals [Текст] / T. Ungár, G. Tichy // Physica status solidi (a). — 1999. — Vol. 171, no. 2. — P. 425—434.
99. Hall, W. H. X-Ray Line Broadening in Metals [Текст] / W. H. Hall // Proceedings of the Physical Society. Section A. — 1949. — Nov. — Vol. 62, no. 11. — P. 741—743.

100. Application of different diffraction peak profile analysis methods to study the structure evolution of cold-rolled hexagonal α -titanium [Текст] / I. V. Ivanov, D. V. Lazurenko, A. Stark, F. Pyczak, A. Thömmes, I. A. Bataev // Metals and Materials International. — 2020. — Vol. 26, no. 1. — P. 83–93.
101. Dislocation structure in textured zirconium tensile-deformed along rolling and transverse directions determined by X-ray diffraction line profile analysis [Текст] / Z. Fan, B. Jóni, L. Xie, G. Ribárik, T. Ungár // Journal of Nuclear Materials. — 2018. — Vol. 502, March. — P. 301–310.
102. Ungar, T. Quantification of dislocations densities in zirconium hydride by X-ray line profile analysis [Текст] / T. Ungar // Acta Materialia. — 2016. — Vol. 117. — P. 1–12.
103. The contrast factors of dislocations in cubic crystals: the dislocation model of strain anisotropy in practice [Текст] / T. Ungár, I. Dragomir, Á. Révész, A. Borbély // Journal of applied crystallography. — 1999. — Vol. 32, no. 5. — P. 992–1002.
104. Grain to grain slip activity in plastically deformed Zr determined by X-ray micro-diffraction line profile analysis [Текст] / T. Ungár, O. Castelnau, G. Ribárik, M. Drakopoulos, J. Béchade, T. Chauveau, A. Snigirev, I. Snigireva, C. Schroer, B. Bacroix // Acta materialia. — 2007. — Vol. 55, no. 3. — P. 1117–1127.
105. Langford, J. I. I. Scherrer after sixty years: a survey and some new results in the determination of crystallite size [Текст] / J. I. I. Langford, A. J. C. Wilson // Journal of Applied Crystallography. — 1978. — Vol. 11, no. 2. — P. 102–113.
106. The contrast factors of dislocations in cubic crystals: The dislocation model of strain anisotropy in practice [Текст] / T. Ungár, I. Dragomir, Á. Révész, A. Borbély // Journal of Applied Crystallography. — 1999. — Vol. 32, no. 5. — P. 992–1002.
107. Ledbetter, H. Sound velocities, elastic constants: Temperature dependence [Текст] / H. Ledbetter // Materials Science and Engineering A. — 2006. — Vol. 442, 1–2 SPEC. ISS. — P. 31–34.

108. Лобанов, В. А. Моделирование льда в задачах с конечноэлементной постановкой [Текст] / В. А. Лобанов // Дифференциальные уравнения и процессы управления. — 2008. — № 4. — С. 19–29.
109. Thömmes, A. Comparison of Mechanical Properties and Microstructure of Annealed and Quenched Ti-Nb Alloys [Текст] / A. Thömmes, I. V. Ivanov, A. A. Kashimbetova // Key Engineering Materials. — 2018. — Vol. 769. — P. 29–34.
110. Thömmes, A. Characterization of Ti-xNb ($x = 25 - 35$) Alloys in as Melt and Annealed States [Текст] / A. Thömmes, I. V. Ivanov, A. A. Ruktuev // Materials Science Forum. — 2019. — Vol. 946. — P. 287–292.
111. Structure and Phase Composition of Biomedical Alloys of the Ti – Nb System in Cast Condition and After Heat Treatment [Текст] / A. Thoemmes, I. Ivanov, A. Ruktuev, D. Lazurenko, I. Bataev // Metal Science and Heat Treatment. — 2019. — Vol. 60, no. 9/10. — P. 659–665.
112. Yang, X. Corrosion-wear of β -Ti alloy TMZF (Ti-12Mo-6Zr-2Fe) in simulated body fluid [Текст] / X. Yang, C. R. Hutchinson // Acta Biomaterialia. — 2016. — Vol. 42. — P. 429–439.
113. Lebedeva, I. Adhesion wear mechanisms under dry friction of titanium alloys in vacuum [Текст] / I. Lebedeva, G. Presnyakova // Wear. — 1991. — Vol. 148, no. 2. — P. 203–210.
114. Setiawan, R. Characteristics of Three Structural Steels at High Strain Rate [Текст] / R. Setiawan, M. Agus Kariem, I. P. Wardani // Key Engineering Materials. Vol. 775. — Trans Tech Publ. 2018. — P. 547–553.
115. Hirel, P. AtomsK: a tool for manipulating and converting atomic data files [Текст] / P. Hirel // Computer Physics Communications. — 2015. — Vol. 197. — P. 212–219.
116. Mendeleev, M. I. Development of an interatomic potential for the simulation of defects, plasticity, and phase transformations in titanium [Текст] / M. I. Mendeleev, T. L. Underwood, G. J. Ackland // The Journal of chemical physics. — 2016. — Vol. 145, no. 15. — P. 154102.

117. Stukowski, A. Automated identification and indexing of dislocations in crystal interfaces [Текст] / A. Stukowski, V. V. Bulatov, A. Arsenlis // Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering. — 2012. — Vol. 20, no. 8. — P. 085007.
118. Stukowski, A. Visualization and analysis of atomistic simulation data with OVITO - the Open Visualization Tool [Текст] / A. Stukowski // Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering. — 2010. — Vol. 18, no. 1. — P. 015012.
119. The fast azimuthal integration Python library: pyFAI [Текст] / G. Ashiotis, A. Deschildre, Z. Nawaz, J. P. Wright, D. Karkoulis, F. E. Picca, J. Kieffer // Journal of applied crystallography. — 2015. — Vol. 48, no. 2. — P. 510–519.
120. Cullity, B. Elements of X-ray Diffraction (3rd Edition) [Текст] / B. Cullity, S. Stock. — Pearson, 2001. — 696 p.
121. Ultrafine-Grained Ti-13Nb-13Zr Alloy Produced by Severe Plastic Deformation [Текст] / D. A. G. Pérez, A. M. Jorge Junior, C. S. Kiminami, C. Bolfarini, W. J. Botta // Materials Research. — 2017. — Vol. 20. — P. 404–410.
122. Rearrangements of dislocations during continuous heating of deformed β - TiNb alloy observed by in-situ synchrotron X-ray diffraction [Текст] / I. V. Ivanov, K. I. Emurlaev, D. V. Lazurenko, A. Stark, I. A. Bataev // Materials Characterization. — 2020. — Vol. 166, May. — P. 110403.
123. Balluffi, R. W. Annealing kinetics of vacancies to dislocations [Текст] / R. W. Balluffi, D. N. Seidman // Philosophical Magazine. — 1968. — Vol. 17, no. 148. — P. 843–848.
124. Conrad, H. Thermally activated deformation of metals [Текст] / H. Conrad // JOM. — 1964. — Vol. 16, no. 7. — P. 582–588.
125. Gubicza, J. X-Ray Line Profile Analysis in Materials Science [Текст] / J. Gubicza. — IGI-Global, 2014. — 359 p.
126. Chang, R. Edge Dislocation Core Structure and the Peierls Barrier in Body-Centered Cubic Iron [Текст] / R. Chang, L. J. Graham. — 1966.
127. Monnet, G. Structure and mobility of the $1/2 \langle 111 \rangle \{112\}$ edge dislocation in BCC iron studied by molecular dynamics [Текст] / G. Monnet, D. Terentyev // Acta Materialia. — 2009. — Vol. 57, no. 5. — P. 1416–1426.

128. Friedel, J. Dislocations: International Series of Monographs on Solid State Physics [Текст]. Vol. 3 / J. Friedel. — Elsevier, 2013. — 512 p.
129. A novel operando approach to analyze the structural evolution of metallic materials during friction with application of synchrotron radiation [Текст] / I. Bataev, D. Lazurenko, A. Bataev, V. Burov, I. Ivanov, K. Emurlaev, A. Smirnov, M. Rosenthal, M. Burghammer, D. Ivanov, K. Georgarakis, A. Ruktuev, T. Ogneva, A. Jorge // Acta Materialia. — 2020. — Vol. 196. — P. 355—369.
130. Knörig, A. Fritzing: a tool for advancing electronic prototyping for designers [Текст] / A. Knörig, R. Wettach, J. Cohen // Proceedings of the 3rd International Conference on Tangible and Embedded Interaction. — 2009. — P. 351—358.

Приложение А

ОСНОВНЫЕ ПРОГРАММНЫЕ МЕТОДЫ БИБЛИОТЕКИ
 «*XRDStructureAnalysisMethods*»

Листинг А.1 Метод *HexagonalLatticeParameters* для расчета параметров решетки гексагональных кристаллов

```

def HexagonalLatticeParameters(loadFile, wavelength):
    theta, FWHM, peaksMillerIndexes = np.loadtxt(loadFile, unpack=
                                                True)

    c = wavelength / np.sin(np.deg2rad(theta[1] / 2)) #calculation
                                                    by using the (002) peak

5    theta = list(theta)
    peaksMillerIndexes = list(peaksMillerIndexes)
    theta.pop(1), peaksMillerIndexes.pop(1)
    theta = np.array(theta)
    peaksMillerIndexes = ['%.3d' % hkl for hkl in
                            peaksMillerIndexes]

10    h = np.array([int(hkl[0]) for hkl in peaksMillerIndexes])
    k = np.array([int(hkl[1]) for hkl in peaksMillerIndexes])
    l = np.array([int(hkl[2]) for hkl in peaksMillerIndexes])

    a = np.sqrt(1/(3/4*(4*np.sin(np.deg2rad(theta/2))**2/
                            wavelength**2 - l**2/c**2)/(h**2
                            + h*k + k**2)))

15    a, aDelta = MeanConfidenceInterval(a)
    cDelta = aDelta
    return a, c, aDelta, cDelta

```

Листинг А.2 Программный код реализации модифицированного метода Вильямсона-Холла для гексагональных материалов

```

def MWHHexagonal (loadFile, wavelength, latticeParameter):

    theta, FWHM, peaksMillerIndexes = np.loadtxt(loadFile, unpack=True
    )
    theta, FWHM, peaksMillerIndexes = list(theta), list(FWHM), list(
    peaksMillerIndexes)
5    [peaksMillerIndexes.pop(i) for i in removePeaksByIndex[::-1]]
    l = np.array([indexes%10 for indexes in peaksMillerIndexes])
    K = 2 * np.sin(np.deg2rad(np.array(theta) / 2)) / wavelength
    dK = np.deg2rad(np.array(FWHM)) * np.cos(np.deg2rad(np.array(theta
    ) / 2)) / wavelength
    x = (2 / 3) * (1 / (K * latticeParameter)) ** 2
10    dat = np.column_stack((x, K, dK ** 2))

    MWHPParameters, MWHCov = curve_fit(MWHSurface, dat[:, :2], dat[:, 2
    ], maxfev=10000)
    A, q1, q2, alpha = MWHPParameters
    size = 0.9 / np.sqrt(np.abs(alpha))
15

    xsort = np.linspace(np.amin(x), 1.1 * np.amax(x), 100)
    y = ((dK) ** 2 - alpha) / (K) ** 2 * 10 ** 6

    ssRes = np.sum((dK ** 2 - MWHSurface(dat[:, :2], *MWHPParameters))
    ** 2)
20    ssTot = np.sum((dK ** 2 - np.mean(dK ** 2)) ** 2)
    if len(FWHM) > len(MWHPParameters):
        adjustedCoefficient = ((len(FWHM) - 1) / (len(FWHM) - len(
        MWHPParameters)))
    else:
        adjustedCoefficient = 1
25    rSquared = 1 - ssRes / ssTot * adjustedCoefficient

    return size, q1, q2, rSquared

```


Листинг А.3 Метод *HexagonalContrastFactor* для расчета дислокационного контрастного фактора $(\overline{C_{hk.l}b^2})$ гексагональных материалов

```

def HexagonalContrastFactor(loadFile, qFile, latticeFile,
                             combinatoricFile, wavelength):
theta, FWHM, peaksMillerIndexes = np.loadtxt(loadFile, unpack=True)
)
q1, q2 = np.loadtxt(qFile, unpack=True)
5 a, c, delta_a, delta_c = np.loadtxt(latticeFile, unpack=True)
A, B, C, D = np.loadtxt(combinatoricFile, unpack=True)

l = np.array([indexes%\%10 for indexes in peaksMillerIndexes])
K = 2 * np.sin(np.deg2rad(theta / 2)) / wavelength
10 x = (2 / 3) * (1 / (K * a)) ** 2
Cb2 = D * (1 + q1 * x + q2 * x ** 2)
return Cb2

```

Приложение Б

**МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ОЦЕНКЕ
ДЕФЕКТНОГО (ДИСЛОКАЦИОННОГО) СОСТОЯНИЯ И
ФАЗОВОГО СОСТАВА МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ**

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования «Новосибирский государственный технический
университет»



УТВЕРЖДАЮ

Проректор НГТУ по научной работе

А.Г. Вострецов

03

2020 г.

МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ

**по оценке дефектного состояния и фазового состава металлических
сплавов с гексагональной и кубической кристаллической решеткой, а
также композиционных материалов на их основе при нагреве и
пластической деформации**

г. Новосибирск - 2020

Приложение В

АКТЫ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ИССЛЕДОВАНИЙ В ПРОИЗВОДСТВЕННЫХ УСЛОВИЯХ



Акционерное общество
«ИНСТИТУТ ПРИКЛАДНОЙ ФИЗИКИ»
(АО «ИПФ»)

Арбузова ул., д. 1/1, г. Новосибирск, 630117, РОССИЯ,
Тел.: (383) 332-18-50, факс: (383) 332-18-56, E-mail: kliuz@ipfn.ru, www.ipfn.ru
ОКПО 07501706 ОГРН; 1025403638831; ИНН/КПП 5408106299/540801001

№ 80/838 от 18.06.2020

«УТВЕРЖДАЮ»



Генеральный директор
АО «Институт прикладной физики»

А.В.Барышев

06 _____ 2020 г.

АКТ

использования результатов диссертационных работ

Диссертационные работы аспирантов кафедры «Материаловедение в машиностроении» Новосибирского государственного технического университета И.В. Иванова и А. Теммеса связаны с исследованием структуры и механических свойств титановых сплавов, легированных ниобием, алюминием и марганцем. Авторами разработаны современные подходы к определению структурно-фазового состояния сплавов в процессе их нагрева и пластической деформации. Особенность использованных в работе подходов, основанных на дифракции рентгеновского излучения, заключается в высокой точности получаемых результатов. Результаты работ переданы в АО «Институт прикладной физики» в виде:

- рекомендаций по оценке дислокационного состояния сплавов в процессе их холодной пластической деформации (автор И.В. Иванов),
- рекомендаций по изменению модуля упругости титановых сплавов, легированных ниобием (автор А. Теммес).

Нашим предприятием планируется использовать методические рекомендации в технологических процессах раскатки трубных заготовок на давольно-раскатном оборудовании.

Главный технолог

М.Ю.Жданов

«УТВЕРЖДАЮ»

Технический директор

Филиала ПАО «Компания

«Сухой» «НАЗ им.

В.П. Чкалова»

А.Б. Социховский

18.02.2020



АКТ

внедрения результатов научно-исследовательской работы аспиранта НГТУ
Иванова Ивана Владимировича

Комиссия в составе директора совместного с НГТУ Базового учебного научно-производственного центра «Технологии высокоресурсных авиационных конструкций» (Базового центра) Рынгача Н.А., начальника Центральной заводской лаборатории (ЦЗЛ) Корелиной О.В. инженера ЦЗЛ Семеновой А.А. составили настоящий акт о том, что результаты диссертационной работы Иванова И.В. «Исследование эволюции структуры титановых сплавов при реализации различных схем пластической деформации и нагрева с использованием in-situ методов синхротронного излучения», представляемой на соискание ученой степени кандидата технических наук, могут быть использованы в проектно-конструкторской и проектно-технологической деятельности Филиала ПАО «Компания «Сухой» «Новосибирский авиационный завод имени В.П. Чкалова» в виде:

- Методических рекомендаций «Методика оценки дефектного состояния и фазового состава металлических сплавов с гексагональной и кубической кристаллической решеткой, а также композиционных материалов на их основе при нагреве и пластической деформации», предназначенных для характеристики материалов в различных условиях внешнего воздействия.

- Программных кодов, предназначенных для представления и анализа данных, полученных методом дифракции рентгеновского синхротронного излучения, которые позволяют строить карты, отражающие изменение фазового состава при нагреве/охлаждении, определять с высокой точностью температуры структурно-фазовых преобразований, происходящих в материалах, вычислять изменения параметров ячеек, оценивать размеры кристаллитов, определять плотность дислокаций и размеры областей упругих искажений при температурном и деформационном воздействии на материалы.

Переданные сотрудниками НГТУ методические рекомендации и программные коды приняты предприятием для оценки состояния, структуры и фазового состава материалов, используемых при проведении на базе базового учебного научно-производственного центра «Технологии высокоресурсных авиационных конструкций» опытных и исследовательских работ, необходимых для подготовки производства перспективной авиационной техники.

Директор Базового центра

Начальник ЦЗЛ

Инженер ЦЗЛ

Н.А. Рынгач

О.В. Корелина

А.А. Семенова

Примечание: Акт не является основанием для перечисления денежных средств.

«УТВЕРЖДАЮ»

Научный руководитель
Сибирского научно-
исследовательского института
авиации имени С.А. Чаплыгина
д.т.н., профессор
С. Н. Серьезнов
01 2020 г.



АКТ

внедрения результатов научно-исследовательских работ
аспирантов НГТУ И.В. Иванова, А. Теммеса и докторанта Д.В. Лазуренко

Сотрудниками кафедры материаловедения в машиностроении Новосибирского государственного технического университета докторантом Д.В. Лазуренко, аспирантами И.В. Ивановым и А. Теммесом при выполнении диссертационных работ разработаны методические рекомендации по исследованию дислокационной структуры пластически деформированных сплавов на основе титана и железа, а также по анализу структурно-фазовых преобразований в процессе нагрева материалов. Используемые диссертантами подходы основаны на дифракции рентгеновского излучения. Переданные в СибНИА рекомендации содержат разделы по оценке дислокационного состояния сплавов (автор И.В. Иванов), изменению модуля упругости титановых сплавов (автор А. Теммес), анализу структурно-фазовых превращений непосредственно в процессе нагрева материалов (автор Д.В. Лазуренко).

Переданные сотрудниками НГТУ методические рекомендации и программные коды приняты СибНИА им. С.А. Чаплыгина для проведения структурных исследований используемых в институте металлических материалов.

Рудзей Галина Фёдоровна, д.т.н
начальник отдела испытаний
материалов и элементов конструкций

Рудзей Г.Ф.

Приложение Г

**АКТ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЙ
УСТАНОВКИ ДЛЯ *IN-SITU* ИССЛЕДОВАНИЙ МАТЕРИАЛОВ
В МЕЖДУНАРОДНОМ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОМ
УСКОРИТЕЛЬНОМ КОМПЛЕКСЕ *ESRF***

УТВЕРЖДАЮ

Проректор НГТУ
по научной работе

А.Г. Вострецов

11» 02 2020 г.



АКТ

использования экспериментальной установки для in-situ исследований материалов триботехнического назначения на международном исследовательском ускорительном комплексе ESRF (г. Гренобль, Франция)

В рамках соглашения № 14.586.21.0026 от 06.05.2016 г. по теме «In-situ исследование быстропротекающих структурных превращений в металлических сплавах в процессе трения с использованием синхротронной микродифрактометрии» (шифр заявки «2016-14-588-0003- 019»), федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014-2020 годы», выполняемого Новосибирским государственным техническим университетом и международным исследовательским ускорительным комплексом ESRF, была изготовлена установка, позволяющая проводить триботехнические испытания на линии синхротронного излучения ID13 (Microfocus Beamline). В соответствии с договором установка передана на исследовательский ускорительный комплекс ESRF. Установка используется для изучения структурных преобразований, происходящих в поверхностных слоях сплавов на основе железа и титана в процессе их изнашивания. Разработчиками установки и авторами проведенных исследований являются сотрудники кафедры Материаловедения в машиностроении НГТУ: Буров В.Г., Батаев И.А., Лазуренко Д.В., Попелюх А.И., Иванов И.В., Эмурлаев К.И.

Заведующий кафедрой
материаловедения в машиностроении
д.т.н., профессор

В.Г. Буров

Приложение Д

СОГЛАШЕНИЕ О ПЕРЕДАЧЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЙ
УСТАНОВКИ В МЕЖДУНАРОДНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
УСКОРИТЕЛЬНЫЙ КОМПЛЕКС *ESRF*

<p>Дополнительное соглашение № 1 от «12» января 2017 г. к Сотрудничеству в области науки и технологий</p>	<p>Supplementary agreement № 1 Dated January 12, 2017 to the Cooperation in science and technology</p>
<p>EUROPEAN SYNCHROTRON RADIATION FACILITY, созданная в соответствии с французским законодательством, расположенная по адресу: Франция, 38000, г. Гренобль, авеню дес Мартир, 71, именуемая в дальнейшем «Заказчик», в лице директора по исследованиям Харальда Райхерта, с одной стороны, и Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Новосибирский государственный технический университет» ОГРН 1025401485010, ИНН 5404105174, КПП 540401001, расположенный по адресу: Россия, 630073, г. Новосибирск, проспект К. Маркса, 20, именуемое в дальнейшем "Исполнитель", в лице ректора НИТУ, Батаева Анатолия Андреевича, с другой стороны, заключили настоящее Дополнительное соглашение к СОТРУДНИЧЕСТВУ В ОБЛАСТИ НАУКИ И ТЕХНОЛОГИЙ о нижеследующем:</p>	<p>EUROPEAN SYNCHROTRON RADIATION FACILITY, French Société civile and subjected to French law, registered at 71 avenue des Martyrs, 38000 Grenoble, France, hereinafter referred to as "Customer", in the name of the Director of Research Harald Reichert on the one part, and Novosibirsk Technical State University, registered at Novosibirsk, 20 Karl Marks ave., Postcode 630073 OGRN 1025401485010, INN 5404105174, KPP 54040 1001, hereinafter referred to as "Contractor", represented by the rector Bataev A.A., on the other part, have made this SUPPLEMENTARY AGREEMENT to the COOPERATION IN SCIENCE AND TECHNOLOGY, as follows:</p>
<p>1. Исполнитель обязуется безвозмездно передать в пользование Заказчику установку трения для выполнения научно-исследовательской работы по проведению in-situ исследований на линии синхротронного излучения ID13 ESRF (г. Гренобль, Франция)</p>	<p>1. The Contractor undertakes to convey friction equipment free of charge to the Customer for the temporary use to perform the research work for the in-situ studies at the ESRF Beamline ID13 (Grenoble, France)</p>
<p>2. Предварительные исследования, проведенные с первоначально поставленной установкой трения, выявили недостатки внешних элементов конструкции стыковки установки с линией ID13 ESRF, в результате чего стороны договорились: - Осуществить поставку, на оговоренных выше условиях, второй аналогичной (по характеристикам и устройству) установки трения с требуемыми доработками внешних элементов конструкции стыковки установки с линией ID13 ESRF; - Первый вариант установки находится во временном пользовании ESRF до предоставления Исполнителем доработанного варианта установки.</p>	<p>2. Preliminary studies carried out with the original friction device revealed shortcomings in the interface of the external components of the device with the ESRF ID13 beamline, as a result of which the parties agreed: - To deliver the second similar (according to characteristics and construction) friction device with the required modifications of interface elements for the installation at the ESRF ID13 beamline; - The first friction device is in the temporary use of ESRF before the Executor provides the modified version of the device.</p>
<p>АДРЕСА СТОРОН</p>	<p>ADDRESSES OF THE PARTIES</p>
<p>Заказчик: ЕВРОПЕЙСКИЙ СИНХРОТРОН ESRF Физический адрес: Европейский синхротрон ESRF, Франция, 38000, г. Гренобль, авеню дес</p>	<p>Customer: EUROPEAN SYNCHROTRON RADIATION FACILITY Physical address: ESRF, 71 avenue des Martyrs,</p>
<p>Мартир, 71. Почтовый адрес: Европейский синхротрон ESRF, CS 40220, 38043 Grenoble Cedex 9, Франция Телефон: +33 (0)4 76 88 20 00</p>	<p>38000 Grenoble, France Postal address: ESRF - The European Synchrotron, CS 40220, 38043 Grenoble Cedex 9, France, Phone: +33 (0)4 76 88 20 00</p>
<p>Исполнитель: Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Новосибирский государственный технический университет». Юридический адрес: пр. К.Маркса, 20, Новосибирск, Россия, 630073. ИНН 5404105174, КПП 540401001</p>	<p>Contractor: Novosibirsk State Technical University, 20 K. Marx ave., Novosibirsk, Russia, 630073 INN: 5404105174 KPP: 540401001</p>

ЗАКАЗЧИК/CUSTOMER


Harald Reichert, Director of Research



ИСПОЛНИТЕЛЬ/CONTRACTOR



Приложение Е

АКТ ОБ ИСПОЛЬЗОВАНИИ РЕЗУЛЬТАТОВ НАУЧНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ В УЧЕБНОМ ПРОЦЕССЕ

УТВЕРЖДАЮ

Первый проректор
Новосибирского государственного
технического университета
д.т.н., профессор

Г. И. Расторгуев



« 03 » 2020 г.

АКТ

использования результатов диссертационной работы
аспиранта И.В. Иванова в учебном процессе

В процессе подготовки диссертационной работы Иванова Ивана Владимировича проведен комплекс теоретических и экспериментальных исследований, посвященных установлению закономерностей эволюции микроструктуры и дислокационной структуры титановых сплавов при реализации различных схем пластической деформации, нагрева и сухого трения. Результаты исследований опубликованы в зарубежных журналах, рекомендованных ВАК, а также представлены на всероссийских и международных конференциях.

Результаты диссертационной работы, полученные Ивановым И.В., используются в учебном процессе на механико-технологическом факультете Новосибирского государственного технического университета при подготовке бакалавров, обучающихся по направлению «Материаловедение и технологии материалов» и «Наноинженерия» (в лекционных курсах, а также на практических занятиях по дисциплинам «Материаловедение», «Физические методы исследования материалов» и «Математическое моделирование и современные проблемы наук о материалах и процессах»).

Декан механико-технологического
факультета к.т.н., доцент

В.В. Янпольский