

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**

Специальность: 05.16.09 – материаловедение (в машиностроении)

Автореферат диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Новосибирск – 2020

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Новосибирский государственный технический университет»

Научный руководитель: доктор технических наук, доцент
Батаев Иван Анатольевич

Официальные оппоненты: **Цыбуля Сергей Васильевич**,
доктор физико-математических наук, профессор,
Федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Федеральный исследовательский центр «Институт катализа им. Г.К. Борескова Сибирского отделения Российской академии наук», лаборатория структурных методов исследования, главный научный сотрудник

Ковалевская Жанна Геннадьевна,
доктор технических наук, доцент,
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет», отделение материаловедения инженерной школы новых производственных технологий, доцент

Ведущая организация: Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Алтайский государственный технический университет им. И.И. Ползунова», г. Барнаул

Защита состоится «17» декабря 2020 г. в 16³⁰ часов на заседании диссертационного совета Д 212.173.13 в Новосибирском государственном техническом университете по адресу: 630073, г. Новосибирск, пр. К. Маркса, 20, I корпус, конференц-зал.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте Новосибирского государственного технического университета www.nstu.ru

Автореферат разослан « » ноября 2020 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета



Андрей Геннадиевич Тюрин

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

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. Абсолютное большинство методов структурного анализа, в том числе металлография, растровая и просвечивающая электронная микроскопия, подразумевает дискретный характер их реализации. Исследователь фиксирует структуру, сформированную в какой-либо момент обработки материала или на некоторой стадии эксплуатации изделия. Для получения информации, соответствующей иному структурному состоянию материала, необходимо повторить весь цикл испытаний. Для исследований такого рода характерны высокая трудоемкость и большая длительность. Один из эффективных подходов решения 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.

Поиск решений, позволяющих многократно ускорить процессы структурных исследований материалов, всегда представлял повышенный интерес специалистов в области материаловедения. Из совокупности методов, обеспечивающих высокую точность результатов, в качестве наиболее перспективного может быть выделен метод рентгеноструктурного анализа. Одним из факторов, ограничивающих применение традиционных методов рентгеноструктурного анализа при контроле структуры материалов в режиме реального времени, является их длительность. Эффективные решения анализируемых задач могут быть основаны на использовании метода дифракции синхротронного излучения. Чрезвычайно малое временное разрешение, которое обеспечивают современные источники синхротронного излучения (вплоть до пикосекунд) позволяет высокоточными рентгеновскими методами исследовать строение материалов в процессе быстропротекающих фазовых переходов. Малый эмиттанс (объем фазового пространства, занимаемого пучком), характерный для современных источников синхротронного излучения, позволяет исследовать строение субмикронных объемов материалов. 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. 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, а также в условиях сухого трения скольжения. В данной диссертационной работе показана возможность их эффективного применения при исследовании сплавов на основе титана, находящихся в различном структурном состоянии (сплавы с α -, α' -, β -, $\alpha+\beta$ -, ω -структурой). В настоящее время эти сплавы, обладающие уникальным комплексом свойств, находят широкое применение в различных видах высокотехнологичного производства при изготовлении изделий ответственного назначения. Поиск надежных методов исследования их структуры, характеризующихся высокой точностью результатов, представляет собой важную научную и прикладную задачу.

Работа выполнялась в рамках проекта: № 2019-0931 «Исследование метастабильных структур, формируемых на поверхностях и границах раздела материалов при экстремальном внешнем воздействии»

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

Профильные методы оценки 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 прошлого 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 настоящей 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 решались 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 ВТ1-0 и $Ti45Nb$. Показано, что начальные этапы нагрева прокатанных в холодном состоянии α -сплава ВТ1-0 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.

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 научных публикаций. Большая часть программного обеспечения по обработке данных экспериментов дифракции синхротронного излучения и результатов моделирования автором разработана лично.

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 *Bühler ArcMelter AM*.

Эксперименты по холодной прокатке выполнены на заготовках из технически чистого титана ВТ1-0. Прокатку материалов осуществляли в Новосибирском государственном техническом университете (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 ВТ1-0 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 AxioObserver 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

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.).

По результатам исследований опубликовано 12 печатных научных работ, из них: 6 статей в журналах, входящих в перечень изданий, рекомендованных ВАК РФ, в том числе 6 статей в зарубежных журналах, входящих в базы данных *Scopus* и *Web of Science*; 6 – в сборниках трудов международных и всероссийских научно-технических конференций.

Структура и объем работы

Диссертация состоит из введения, шести глав, заключения, списка сокращений и условных обозначений, списка литературы и шести приложений. Работа изложена на 186 страницах основного текста, включая 67 рисунков, 10 таблиц. Список литературы состоит из 130 наименований.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность исследований, проводимых в рамках диссертационной работы, приведена цель, перечислены задачи исследования, изложена научная новизна и практическая значимость представленной работы, дана оценка степени разработанности темы исследования.

В первой главе представлен аналитический обзор литературы по теме исследования. Подробно проанализированы структурные преобразования, развивающиеся в материалах при их пластической деформации, нагреве и трении скольжения. Особое внимание уделено титановым сплавам как важнейшим конструкционным материалам, подробно описаны структура титановых фаз и сплавов, преобразования их при реализации различных методов пластической и термической обработки. Представлен анализ основных методов исследования

структурных параметров материалов. Отдельно рассмотрены методы дифракционного профильного анализа, отмечены их достоинства, недостатки и особенности применения.

Во второй главе приведена характеристика исследуемых в рамках работы исходных материалов. Представлены используемые методы пластической деформации, нагрева и изнашивания. Подробно описаны методы моделирования, а также особенности обработки данных, полученных с использованием метода дифракции синхротронного излучения. В качестве материала, обладающего однофазной α -структурой был выбран технически чистый титан марки ВТ1-0. Данный сплав подвергался холодной прокатке, высокоскоростной деформации по схеме Тейлора (высокоскоростное соударение стержня со стальной стенкой) и индукционному нагреву после холодной прокатки. Исследования его структуры были проведены как с использованием классических металлографических методов, так и методом дифракции синхротронного излучения. Процесс индукционного нагрева осуществлялся в режиме *in-situ*. В роли однофазного материала с β -структурой выступал сплав $Ti45Nb$. Структурные преобразования данного сплава после холодной прокатки и последующего индукционного нагрева исследовались методом дифракции синхротронного рентгеновского излучения в *in-situ* режиме. Сплав состава $Ti13Nb13Zr$, обладающий α' -структурой, был использован при исследовании преобразований, инициированных кручением под высоким давлением. Структурные исследования данного материала проведены с использованием методов сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии, дифракции синхротронного излучения. Структурные преобразования в процессе сухого трения скольжения изучали на примере $\alpha+\beta$ состава $Ti3Fe$ с использованием установки, разработанной на кафедре материаловедения в машиностроении НГТУ. Исследования проводили в режиме *in-situ* методом дифракции синхротронного излучения. Одновременно с записью дифракционных картин регистрировали коэффициент трения. Для всех исследуемых материалов измеряли микротвердость. Кроме того, на образцах из материалов, подвергнутых индукционному нагреву и холодной прокатке, также определяли прочностные свойства при растяжении. Для объяснения результатов структурных преобразований, происходящих при высокоскоростном соударении и индукционном нагреве α -титана, было выполнено моделирование этих процессов методами конечных элементов и молекулярной динамики соответственно.

Третья глава работы посвящена исследованию структурных преобразований титановых сплавов, подвергнутых пластической деформации с применением метода дифракции синхротронного излучения. В первом ее разделе описаны результаты исследований, выполненных на образцах из α -титанового сплава ВТ1-0, деформированных методом холодной прокатки. Проведено сравнение классических и модифицированных методов профильного анализа дифракционных максимумов. На основании анализа данных, полученных с использованием как классического метода Вильямсона – Холла (ВХ), так и с использованием подхода, учитывающего значения модуля упругости в зависимости от кристаллографического направления, сделан вывод о существенном разбросе

экспериментальных значений относительно линейной зависимости для всех исследуемых образцов (таблица 1). Основной причиной высокой погрешности классических подходов профильного анализа применительно к α -сплавам титана является высокая анизотропия упругих свойств, характерных для материалов с гексагональной решеткой.

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

Таблица 1 – Значения коэффициента детерминации R_{adj}^2 для построений классическим методом ВХ без учета и с учетом различия модуля Юнга в различных кристаллографических направлениях

$\varepsilon_{eff}, \%$	ВХ	ВХ с учетом E_{hkl}
5,2	0,7444	0,8642
11,4	0,7976	0,8625
17,5	0,7287	0,9189
25,2	0,6875	0,8767
31,1	0,9393	0,7116
39,1	0,9028	0,7016
45,7	0,8579	0,7714
51,2	0,8884	0,7915
56,8	0,9146	0,7665

Использование подходов, основанных на дислокационной модели упругих искажений, позволяет оценивать дислокационную структуру материалов. Так, сочетанием метода мВХ и модифицированного метода Уоррен – Авербаха (мУА) были рассчитаны такие параметры строения как общая плотность дислокаций (ρ), распределение дислокаций по основным векторам Бюргера (ρ_a , ρ_c и ρ_{ca}), размеры областей когерентного рассеяния ($\langle x_{area} \rangle$) и особенности взаиморасположения дислокаций (параметр Вилкенса (M) и радиус области упругих искажений вокруг дислокаций (R_e). Было выявлено, что значение максимальной плотности дислокаций ($37 \cdot 10^{-14} \text{ м}^{-2}$) соответствует степени деформации 51,2 %, а наиболее распространенными являются низкоэнергетические дислокации с вектором Бюргера \vec{b}_a . При степенях обжатия, превышающих 10 %, дислокации образуют хаотичную структуру, которая, с позиции рентгеноструктурного анализа не изменяется при дальнейшем повышении степени деформации.

Во второй части данной главы представлены результаты исследования структуры сплава $Ti_{13}Nb_{13}Zr$, подвергнутого холодной деформации методом кручения под высоким давлением. Материалы сканирующей электронной мик-

роскопии (рисунок 1) свидетельствуют о формировании в процессе предварительной закалки структуры, представленной крупными зернами и расположенными в них мартенситными кристаллами α' -фазы титана.

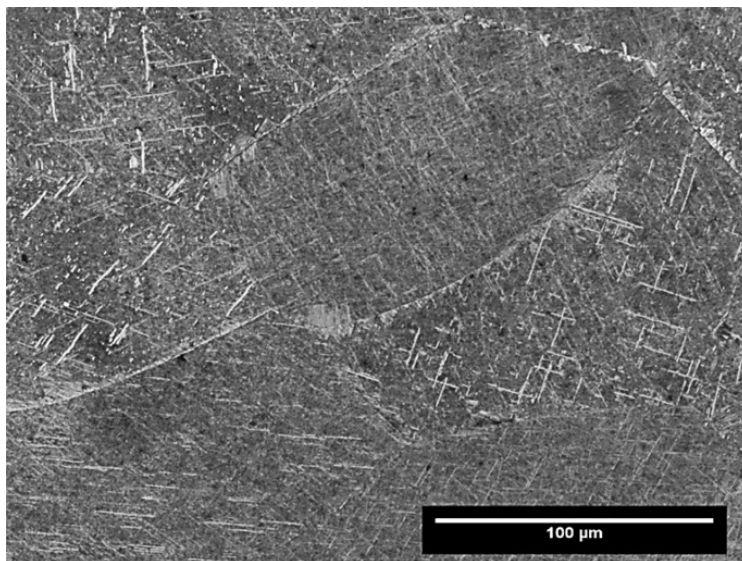


Рисунок 1 – Строение сплава $Ti13Nb13Zr$ до интенсивной пластической деформации. СЭМ

На основании анализа результатов дифракционного картирования деформированного кручением сплава было установлено, что интенсивная пластическая деформация материала является причиной нескольких деформационно-индуцированных фазовых переходов. Во-первых, в центральной области диска возникла β -фаза титана, что согласуется с результатами, зафиксированными методом просвечивающей электронной микроскопии. Во-вторых, результаты картирования указывают на присутствие в образце ω -фазы титана. Центральная область диска характеризуется также повышенной плотностью дислокаций в α' -фазе сплава (рисунок 2).

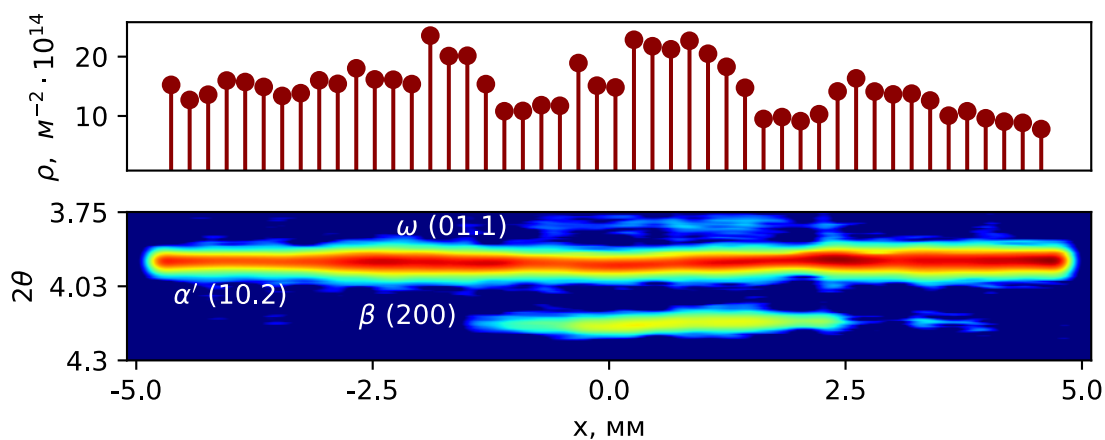


Рисунок 2 – Характер изменения плотности дислокаций в α' -фазе сплава $Ti13Nb13Zr$ вдоль диаметра деформированного диска. Распределение показано относительно дифракционных максимумов (01.1)- ω , (10.2)- α' и (200)- β

Анализ микротвердости в различных точках деформированного диска (рисунок 3) показывает, что неравномерное распределение фаз и параметров микроструктуры по объёму материала приводит к соответствующему распределению микротвердости по поверхности. Областям, для которых характерно присутствие β -фазы и наибольшая плотность дислокаций α' -фазы соответствуют максимальные значения микротвердости.

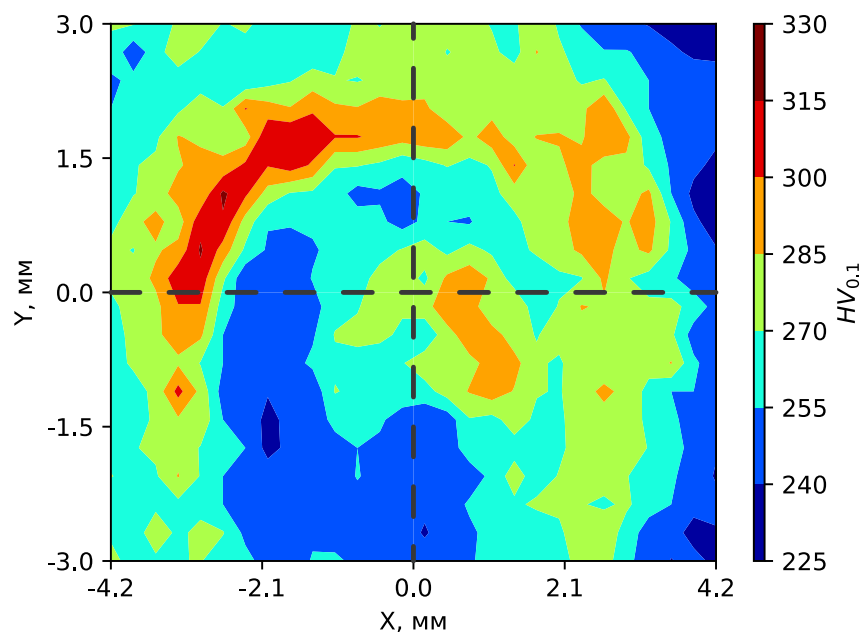


Рисунок 3 – Распределение микротвердости по плоскости диска из сплава $Ti_{13}Nb_{13}Zr$, деформированного методом кручения под высоким давлением. Перекрестие соответствует центру диска

Третья часть раздела посвящена исследованиям структуры стержня со структурой α -титана, подвергнутому высокоскоростной пластической деформации по методу Тейлора. Моделирование процесса высокоскоростного соударения методом конечных элементов подтвердило неравномерное развитие деформационных процессов вдоль стержня. Уже на начальных этапах эксперимента пластическая деформация накапливается с разной скоростью в различных участках цилиндра. Характер дальнейшего поведения материала показывает, что на фронте распространяющейся деформационной волны значения пластической деформации вблизи цилиндрической поверхности выше по сравнению с осевой зоной. Это приводит к тому, что уже после 50 мкс на расстоянии примерно в 10 мм от торца цилиндра образуется зона, характеризующаяся более низкими значениями эффективной пластической деформации, чем в окружающей ее области (рисунок 4). На рисунке 4 эта зона обозначена стрелкой.

Таким образом, в динамически деформированном образце вблизи переднего торца цилиндра формируется зона («пятно»), характеризующаяся более низкими значениями деформации по сравнению с окружающими ее объёмами материала. Дополнительные этапы моделирования показали, что область с более низкой степенью деформации формируется при соотношении длины к диаметру

превышающих 3,5 к 1. При более низких соотношениях L/D подобная область не возникает. Из проведенных расчетов структуры методами мВХ и мУА (рисунок 5) следует, что область, располагающаяся вблизи переднего торца цилиндра, характеризуется большей плотностью дислокаций, чем окружающего ее материала (область показана стрелкой на рисунке 5).

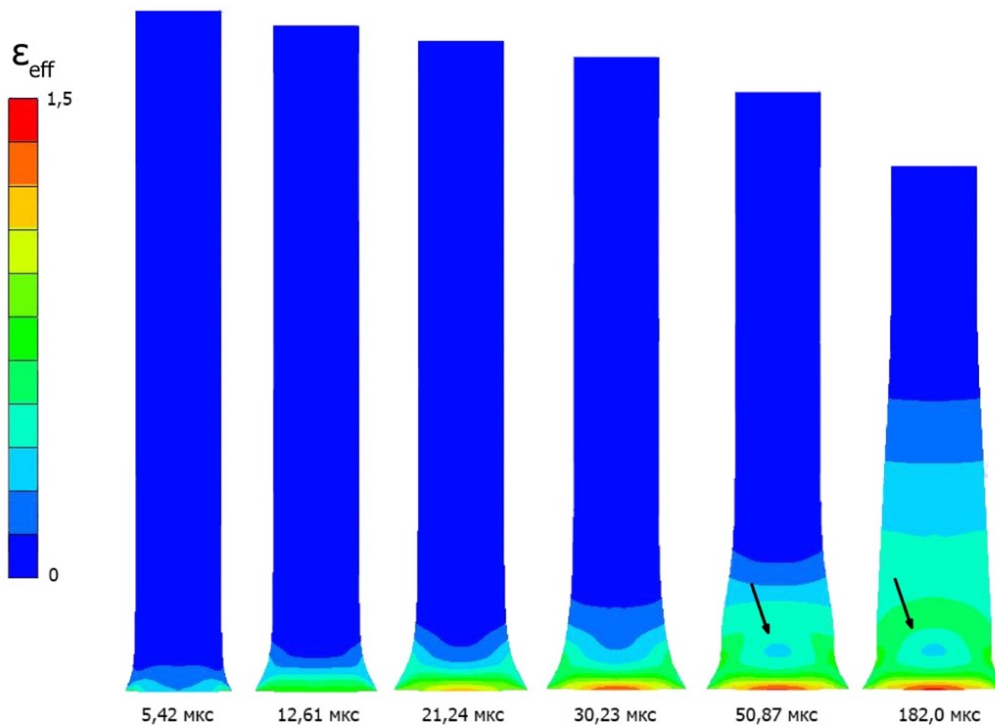


Рисунок 4 – Характер изменения эффективной пластической деформации (ϵ_{eff}) в титановом стержне (сплав *Grade 2*) при высокоскоростном соударении с неподвижной стальной преградой

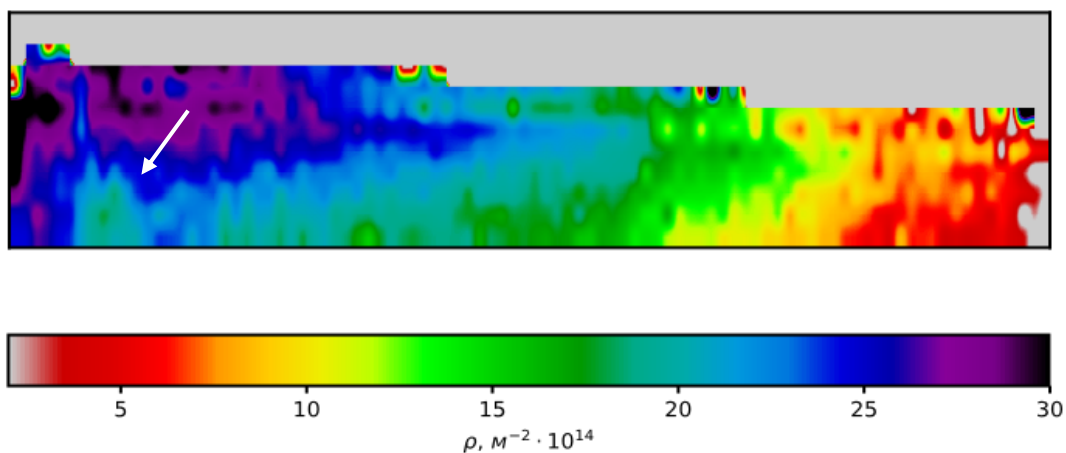


Рисунок 5 – Распределение плотности дислокаций по срезу титанового стержня

В четвертой главе работы приведены результаты исследования структурных преобразований титановых сплавов в процессе их нагрева, полученные методом дифракции синхротронного излучения. Первая часть раздела содержит результаты исследования структурных преобразований α -титанового сплава VT1-0 в процессе индукционного нагрева. Было обнаружено, что в температурном интервале 25-300 °С происходит рост плотности дислокаций на 10 % относительно исходного (холоднодеформированного) состояния (рисунок 6 а). Зафиксированный эффект был подтвержден моделированием процесса нагрева сплава методом молекулярной динамики.

Вторая часть раздела посвящена исследованию структурных преобразований β -титанового сплава *Ti45Nb*. На основании проведенного анализа с использованием метода дифракции синхротронного излучения были выделены две стадии дислокационных преобразований, проявляющиеся при нагреве образцов до 400 и 780 °С соответственно. Каждая из этих стадий подразделяется на более мелкие этапы, отличающиеся доминирующими процессами. В диапазоне 400 - 495 °С зафиксировано увеличение R_e с 7,4 до 22 нм, а на участке 500 - 520 °С - его уменьшение с 22 до 16 нм (рисунок 6 б). Такой характер изменения структуры был обоснован с позиции континуальной теории дислокаций – на первом этапе происходит сближение параллельных дислокаций одного знака, а на втором образуются дислокационные стенки. Кроме того, была обнаружена явная корреляция основных структурных параметров (плотности дислокаций и размеров ОКР) с такими механическими свойствами как предел прочности и микротвердость. Таким образом, показана эффективность реализуемого подхода, основанного на сочетании методов дифракции синхротронного излучения и последующего профильного анализа для количественной оценки дислокационных преобразований, происходящих в титановых сплавах в процессе их нагрева.

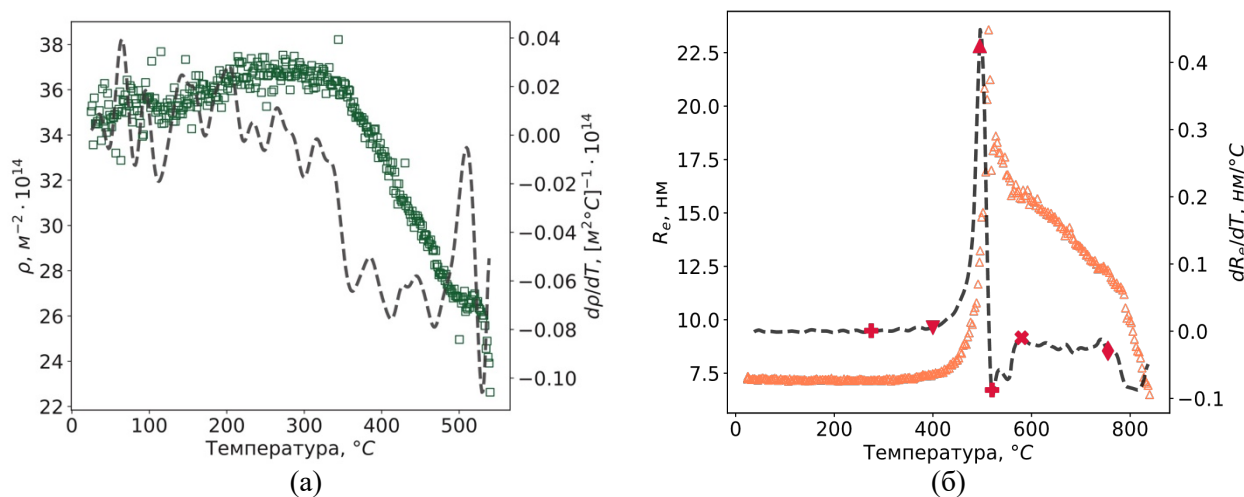


Рисунок 6 – Изменение плотности дислокаций (ρ) в структуре деформированного сплава VT1-0 при его нагреве (б). Изменение радиуса области упругих искажений вокруг дислокаций R_e (а), характерная для сплава *Ti45Nb*. Пунктирной линией обозначена производная параметров по температуре

Пятая глава работы посвящена использованию метода дифракции синхротронного излучения для оценки структурных преобразований $\alpha+\beta$ -титанового сплава $Ti3Fe$ в процессе сухого трения скольжения в режиме *in-situ*. Разработанная в НГТУ установка позволила проводить измерения коэффициента трения в процессе триботехнических испытаний. Многостадийность процесса фрикционного взаимодействия отражается как на динамике коэффициента трения, так и на изменении структурных параметров. Было обнаружено, что на этапе приработки одновременно со снижением коэффициента трения происходит упрочнение материала, сопровождающееся ростом плотности дислокаций до $25 \cdot 10^{-14} \text{ м}^{-2}$ (рисунок 7). Дальнейшее фрикционное воздействие приводит к последовательному росту и снижению плотности дислокаций, что связано с периодической сменой процессов деформационного упрочнения и адгезионным срывом поверхностных слоев титанового сплава, взаимодействующего с неподвижным контртелом. Полученные в работе результаты свидетельствуют о высокой эффективности подхода, основанного на дифракции синхротронного излучения для исследования процессов эксплуатации материалов в режиме реального времени.

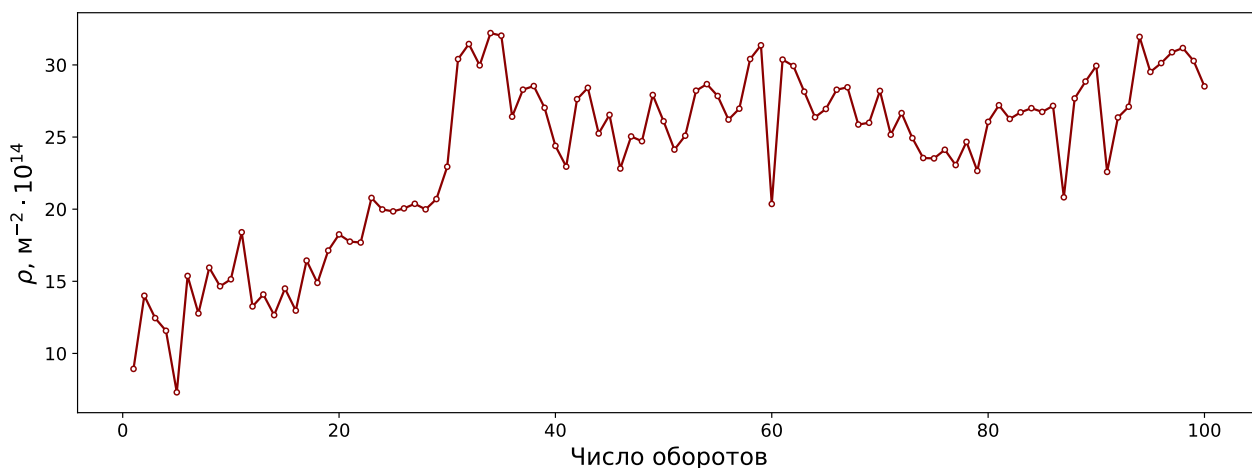


Рисунок 7 – Изменение плотности дислокаций α -фазы титанового сплава $Ti3Fe$ в процессе сухого трения скольжения

В шестой главе приведены рекомендации по использованию описанных в диссертационной работе методов исследования дефектного состояния материалов для практического применения, а также описан пример реализации данной методики. Обоснованные в диссертации рекомендации были изданы в виде методического пособия 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». Кроме того, в главе описаны конструктивные особенности разработанной экспериментальной установки, предназначенной для исследования эволюции структурного состояния металлических сплавов непосредственно в процессе их изнашивания по схеме трения скольжения. Установка включена в исследовательский процесс в Международный исследовательский центр (*European Synchrotron Radiation Facility, ESRF*, г. Гренобль, Франция).

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 $Ti_{45}Nb$ 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 триботехническая 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.

Список работ, опубликованных автором по теме диссертации

В изданиях, рекомендованных ВАК, в том числе 6 статей входящих в зарубежные журналы, входящих в базы данных Scopus и Web of Science:

1. 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.
2. *Structure and Phase Composition of Biomedical Alloys of the Ti – Nb System in Cast Condition and After Heat Treatment* [Текст] / A. Thömmes, I. V. Ivanov, A. A. Ruktuev, D. V. Lazurenko, I. A. Bataev // *Metal Science and Heat Treatment*. – 2019. – Vol. 60. – P. 659–665.
3. *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.
4. *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.
5. *A novel operando approach to analyze the structural evolution of metallic materials during friction with application of synchrotron radiation* [Текст] / I. A. Bataev, D. V. Lazurenko, A. A. Bataev, V. G. Burov, I. V. Ivanov, K. I. Emurlaev, A. I. Smirnov, M. Rosenthal, M. Burghammer, D. A. Ivanov, K. Georgarakis, A. A. Ruktuev, T. S. Ogneva, A. M. J. Jorge // *Acta Materialia*. – 2020. – Vol. 196. – P. 355–369.
6. *Rearrangements of dislocations during continuous heating of deformed 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. – P. 110403.

В прочих изданиях:

7. Иванов, И. В. Изучение особенностей эволюции дислокационной структуры кубического титана в процессе рекристаллизации с использованием дислокационной теории упругих искажений кристаллической решетки [Текст] / И. В. Иванов // *Международная научная конференция студентов, аспирантов и молодых учёных «Ломоносов - 2019» - Москва, 8–12 апреля 2019 г. - С. 881–883.*
8. Иванов, И. В. Дислокационная теория упругих искажений кристаллической решетки для описания структурных изменений при пластической деформации титана [Текст] / И. В. Иванов // *Физика. Технологии. Инновации. ФТИ - 2019: тезисы докладов VI Международной молодежной научной конференции, посвященной 70-летию основания Физико-технологического института - Екатеринбург, 20-24 мая 2019 г. - С. 105–106.*
9. Иванов, И. В. Особенности эволюции дислокационной структуры титана в процессе его рекристаллизации [Текст] / И. В. Иванов // *XX Юбилейная Всероссийская школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества (СПФКС–20) - Екатеринбург, 21 – 28 ноября 2019 г. - С. 987.*
10. Иванов, И. В. Особенности обработки данных при анализе эволюции структурно-фазовых состояний твердых тел с использованием современных источников синхротронного излучения [Текст] / И. В. Иванов // *XVI Курчатовская междисциплинарная научная школа Москва, 2 – 5 декабря 2019 г. - С. 125.*

Отпечатано в типографии Новосибирского
государственного технического университета
630073, г. Новосибирск, пр. К. Маркса, 20,
Тел./факс: (383)346-08-57
формат 60x84 1/16, объем 1,25 п.л., тираж 100 экз.
заказ № 916 подписано в печать 13.10.2020 г.