

На правах рукописи



Комиссарова Ирина Алексеевна

**Формирование и эволюция структуры и фазового состава титана при  
многоцикловой усталости в условиях внешних энергетических  
воздействий**

Специальность 01.04.07 – физика конденсированного состояния

**Автореферат**  
диссертации на соискание ученой степени  
кандидата технических наук

Новокузнецк – 2019

Работа выполнена в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Сибирский государственный индустриальный университет» и федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»

Научный руководитель: доктор физико-математических наук, профессор, Глазер Александр Маркович

Официальные оппоненты: Клименов Василий Александрович – доктор технических наук, профессор, федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет», Заведующий кафедрой – руководитель отделения материаловедения на правах кафедры Инженерной школы новых производственных технологий Национального исследовательского Томского политехнического университета

Ерошенко Анна Юрьевна, кандидат технических наук, ФГБУН «Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук», старший научный сотрудник лаборатории физики наноструктурных биокомпозитов

Ведущая организация

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Тамбовский государственный университет им. Г.Р. Державина»

Защита состоится «19» ноября 2019 года в 10<sup>00</sup> часов на заседании диссертационного совета Д 212.252.04 при Сибирском государственном индустриальном университете по адресу: 654007, г. Новокузнецк, Кемеровской области, ул. Кирова, 42.

Факс (3843) 46-57-92, E-mail: d212\_252\_04@sibsiu.ru

С диссертацией можно ознакомиться в научно-технической библиотеке и на сайте ФГБОУ ВО "Сибирский государственный индустриальный университет" <http://www.sibsiu.ru>

Автореферат разослан " " 2019 г.

Ученый секретарь диссертационного совета, д.х.н., профессор

Горошкин В.Ф.

## **ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ**

**Актуальность темы исследования.** В современных условиях эксплуатации машин и конструкций проблемы повышения прочности, ресурса, живучести и долговечности материалов выдвигаются в число основных задач. Наиболее ответственные и уникальные изделия, машины и конструкции эксплуатируются в режимах циклических деформаций, определяющих разрушение даже при незначительных нагрузках. Их роль особенно возрастает для современных высоконагруженных ответственных изделий, подвергающихся воздействию циклических нагрузок. Сложность оценки циклической прочности конструкционных материалов связана с тем, что на усталостное разрушение оказывают влияние много различных факторов. Технически чистый титан и его сплавы широко применяются в промышленности благодаря уникальному сочетанию физических и механических характеристик и являются одними из наиболее привлекательных конструкционных материалов. Повышение ресурса работоспособности ответственных изделий является важной научной и производственной задачей. Среди методов целенаправленной модификации свойств и структуры металлических материалов отдельно выделяются обработка пучками электронов и токовое импульсное воздействие. В связи с этим актуальным является упрочнение поверхностных слоев технически чистого титана ВТ1-0 электронно-пучковой обработкой (ЭПО) и восстановление поврежденности токовой импульсной обработкой (ТИО) с целью повышения усталостного ресурса.

**Степень разработанности темы.** В последние годы выполнены исследования в области обработки поверхности металлов и сплавов электровзрывным легированием, лазерной, плазменной, электронно-пучковой обработкой и мощными токовыми импульсами. Выявлены закономерности упрочнения электронно-пучковой обработкой поверхностных слоев сталей разных структурных классов, силуминов, титановых сплавов, проанализировано влияние токового импульсного воздействия на стали, подвергаемые много и малоцикловой усталости. Однако, роль влияния электронно-пучковой обработки и токового импульсного воздействия на титан, подвергаемый многоцикловой усталости, не была установлена.

**Цель и задачи.** Установить механизмы и закономерности влияния электронно-пучковой и токовой импульсной обработок титана ВТ1-0 на повышение его усталостного ресурса, структуру и фазовый состав.

Для реализации поставленной цели в работе решались следующие задачи:

1) исследовать структурно-фазовые состояния, дефектную субструктуру и поверхность разрушения титана при усталостном нагружении до разрушения;

2) установить закономерности влияния электронно-пучковой обработки в различных режимах и токового импульсного воздействия на формирование

и эволюцию структуры, фазового состава и дефектной субструктурой титана при многоцикловых усталостных испытаниях;

3) установить физическую природу механизмов, приводящих к повышению усталостной долговечности титана, облученного высокointенсивным импульсным электронным пучком и подвергнутого токовой импульсной обработке.

**Научная новизна.** Впервые методами оптической, сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии проведены комплексные экспериментальные исследования влияния электронно-пучковой и токовой импульсной обработки на формирование и эволюцию структуры, фазового состава и дефектной субструктуры титана ВТ1-0, подвергнутого многоцикловому усталостному нагружению до разрушения. Выявлены и проанализированы основные факторы и механизмы, определяющие усталостную долговечность технически чистого титана после электронно-пучковой обработки и токового импульсного воздействия. Установлено, что увеличение усталостной долговечности титана, подвергнутого энергетическим обработкам, обусловлено формированием субмикро- и наноразмерной структуры приповерхностного слоя.

### **Теоретическая и практическая значимость работы.**

Полученные экспериментальные данные по влиянию электронно-пучковой и токовой импульсной обработок на формирование и эволюцию структуры, фазового состава и дефектной субструктуры титана ВТ1-0 позволяют углубить знания о физических процессах формирования структурно-фазовых состояний при внешних энергетических воздействиях.

Практическая значимость работы заключается в существенном увеличении усталостной долговечности титановых деталей, работающих в режимах циклических нагрузок, она подтверждена патентом на изобретение, актами внедрения и справками по апробированию результатов на предприятиях.

Результаты диссертации апробированы при проведении научных исследований в Сибирском государственном индустриальном университете (государственные задания в сфере научной деятельности № 3.1496.2014/К и 3.1283.2017/4.6, грант РФФИ №31-16-32-60048), Самарском национальном исследовательском университете имени академика С.П. Королева (грант РФФИ №17-32-50003) и в учебном процессе при подготовке бакалавров и магистров по направлению «Материаловедение и технология материалов».

**Методология и методы исследования.** Задачи диссертационной работы направлены на выявление закономерностей влияния электронно-пучковой обработки и токового импульсного воздействия на усталостную долговечность технически чистого титана. Экспериментальные исследования проводились с использованием аналитического и испытательного оборудования кафедры естественнонаучных дисциплин имени профессора В.М. Финкеля, центра коллективного пользования «Материаловедение» при Сибирском государственном индустриальном университете, Томского

материаловедческого центра коллективного пользования при Национальном исследовательском Томском государственном университете. Использовались оптический микроскоп Olympus GX-51, установка акустического неразрушающего контроля ANDA\_osc, растровый электронный микроскоп Phillips SEM 515 с приставкой для микрорентгеноспектрального анализа EDAX ECON IV, просвечивающий электронный дифракционный микроскоп JEOL JEM-2100F.

**Положения, выносимые на защиту:**

- 1) совокупность результатов электронно-микроскопических исследований структуры, фазового состава, дефектной субструктурой и поверхности разрушения титана ВТ1-0 при многоцикловом усталостном нагружении до разрушения;
- 2) закономерности влияния электронно-пучковой и токовой импульсной обработок технически чистого титана на его усталостную долговечность;
- 3) механизмы повышения усталостной долговечности титана ВТ1-0 после энергетических воздействий в различных режимах.

**Степень достоверности и апробация результатов.** Достоверность результатов работы определяется корректностью поставленных задач, использованием апробированных методов и методик исследования, применяемых в современном физическом материаловедении, большим объемом экспериментальных данных, их сопоставлением между собой и с результатами, полученными другими исследователями.

Результаты работы докладывались и обсуждались на следующих конференциях и семинарах: Международном симпозиуме, посвященном 40-летию ИТА НАН Беларуси, Витебск, 2015; XIX Международной научно-практической конференции «Металлургия: технологии, инновации, качество», Новокузнецк, 2015; XIX Всероссийской научной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых «Наука и молодежь: проблемы, поиски, решения», Новокузнецк, 2015; International Youth Scientific Conference «Heat and Mass Transfer in the System of Thermal Modes of Energy – Technical and Technological Equipment», Томск, 2016; V Международной молодежной научной школе-конференции «Современные проблемы физики и технологий», Москва, 2016; XIV Международном семинаре «Структурные основы модификации материалов», Обнинск, 2017; Международной молодежной научной конференции «XIV Королевские чтения», Самара, 2017; LVIII Международной конференции «Актуальные проблемы прочности», Пермь, 2017; International Conference on Modern Trends in Manufacturing Technologies and Equipment, Севастополь, 2017; Международная конференция «Перспективные материалы с иерархической структурой для новых технологий и надежных конструкций», Томск, 2017; Всероссийской научно-технической конференции «Современные достижения в области металловедения, технологий литья, деформации, термической обработки и антикоррозионной защиты легких сплавов», Москва, 2017; Инновационном

конвенте «Кузбасс: образование, наука, инновации», Кемерово, 2017; 9<sup>th</sup> International Symposium on Materials in External Fields, Сеул, Южная Корея, 2018; X Международной конференции «Фазовые превращения и прочность кристаллов» памяти академика Г.В. Курдюмова, Черноголовка, 2018; Международной научно-технической конференции молодых ученых «Новые материалы, оборудование и технологии в промышленности», Могилев, 2018; X ежегодной юбилейной конференции Нанотехнологического общества России, Москва, 2019.

**Публикации.** Результаты работы представлены в 27 публикациях, в том числе 6 статьях в ведущих рецензируемых научных журналах, рекомендованных ВАК РФ, 5 статьях в изданиях входящих в перечень Scopus и Web of Science, 1 патенте, 2 базах данных, 2 главах в монографиях. Список основных работ приведен в конце автореферата.

**Личный вклад** автора состоит в анализе литературных данных, планировании и проведении экспериментов и испытаний на многоцикловую усталость, при энергетических воздействиях, обработке и анализе результатов экспериментальных исследований, написании статей и тезисов, формулировании основных выводов и положений, выносимых на защиту.

**Соответствие диссертации паспорту специальности.**

Диссертационная работа по своим целям, задачам, содержанию, методам исследования и научной новизне соответствует пункту 1 «Теоретическое и экспериментальное изучение физической природы свойств металлов и их сплавов, неорганических и органических соединений, диэлектриков и в том числе материалов световодов как в твердом, так и в аморфном состоянии в зависимости от их химического, изотопного состава, температуры и давления» паспорта специальности 01.04.07 – физика конденсированного состояния (технические науки).

**Структура и объем диссертации.** Диссертационная работа состоит из введения, 5 глав, основных выводов, приложения и списка цитируемой литературы, включающего 198 наименований. Диссертация содержит 162 страницы, в том числе 78 рисунков и 3 таблицы.

## **ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ**

**Во введении** обоснована актуальность темы диссертации, степень ее разработанности, приведены цель и задачи исследования, научная новизна, теоретическая и практическая значимость работы, методология и методы исследования, перечислены основные положения, выносимые на защиту, степень достоверности и апробация результатов, указан личный вклад автора, соответствие паспорту специальности, структура и объем диссертации.

**В первой главе «Анализ способов модификации свойств и структуры легких металлов и сплавов»,** являющейся обзорной, проведен анализ отечественных и зарубежных научных источников, отражающих современное состояние проблемы модификации структуры и свойств сплавов на основе алюминия, магния и титана внешними энергетическими

воздействиями. Особое внимание уделено изменению свойств легких металлов и сплавов при электронно-пучковой обработке и токовом импульсном воздействии. На основании анализа литературных источников сформулированы цель и задачи настоящей диссертационной работы.

**Во второй главе «Материал и методы энергетических обработок и исследований»** описан материал, выбранный в работе для исследований, оборудование, использованное для осуществления электронно-пучковой и токовой импульсной обработок, аналитическое оборудование и методики проведения исследований.

В качестве материала для исследований использован технически чистый титан ВТ1-0, широко используемый в авиационной и судостроительной промышленности. Образцы размерами  $12 \times 4 \times 130$  мм с концентратором напряжений радиусом 20 мм были выполнены по ГОСТ 25.502-79. Для задания разного структурного состояния поверхностного слоя было исследовано две партии образцов: в состоянии поставки (используемые в дальнейшем для проведения токовой импульсной обработки) и после отжига при температуре 1173 К в течение 90 мин с охлаждением в печи (используемые для проведения электронно-пучковой обработки). Усталостные испытания были выполнены при комнатной температуре по схеме консольного изгиба на установке для усталостных испытаний (производство СибГИУ) с частотой нагружения 15 Гц.

Обработка токовыми импульсами была выполнена с помощью генератора мощных токовых импульсов (производство СибГИУ). Параметры токового воздействия были следующие: напряжение нагрузки на образцы  $G = 10$  МПа; частота токовых импульсов – 70 Гц, длительность воздействия – 2 мин, амплитуда токовых импульсов – 2 кА. Обработка токовыми импульсами проводилась при достижении образцами 180000 циклов нагружения, соответствующих резкому уменьшению скорости ультразвука, которая фиксировалась установкой акустического неразрушающего контроля ANDA\_osc (производство ИФПМ СО РАН) (рисунок 1).

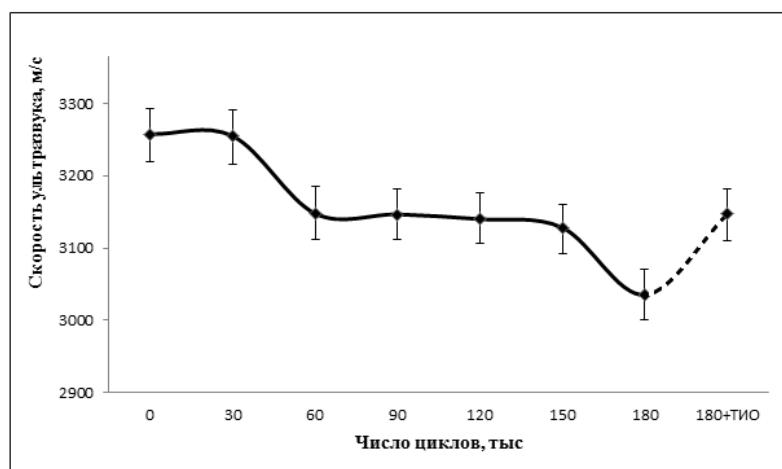


Рисунок 1 - Зависимость скорости ультразвука от числа циклов нагружения

В каждом состоянии было разрушено по 10 образцов. Токовая импульсная обработка привела к увеличению числа циклов до разрушения с  $281333 \pm 27400$  до  $359532 \pm 19050$ .

Электронно-пучковая обработка проведена на установке «СОЛО» (производство ИСЭ СО РАН) по следующим режимам: энергия электронов 16 кэВ, плотность энергии пучков электронов:  $E_S = 10; 15; 20; 25; 30 \text{ Дж/см}^2$ ; длительность импульса  $\tau = 150 \text{ мкс}$ ; число импульсов  $N = 3$ ; частота следования импульсов  $f = 0,3 \text{ Гц}$ . Электронно-пучковая обработка проводилась со стороны концентратора напряжений перед проведением усталостных испытаний. В каждом состоянии было обработано электронными пучками и разрушено по 10 образцов. Результаты испытаний на многоцикловую усталость приведены на рисунке 2. В результате выполненных испытаний выявлен режим облучения (16 кэВ, 25 Дж/см<sup>2</sup>, 150 мкс, 3 имп, 0,3 с<sup>-1</sup>), позволяющий кратно, более чем в 2 раза, увеличить усталостную долговечность исследуемого материала.

Исследования поверхности разрушения проведены методами сканирующей электронной микроскопии (прибор Tesla BS-301). Анализ фазового состава и состояния дефектной субструктурой материала выполнен методами просвечивающей электронной дифракционной микроскопии (прибор JEM-2100F). Фольги для исследований готовили методом ионного утонения пластинок, вырезанных электроискровым методом из образцов параллельно поверхности разрушения на максимально близком к ней расстоянии.

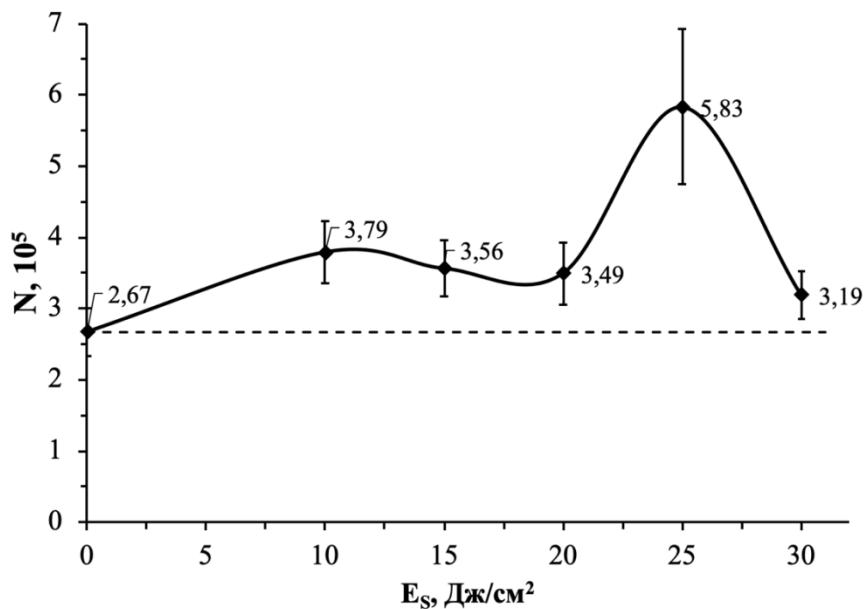


Рисунок 2 – Влияние электронно-пучковой обработки на усталостную долговечность титанового сплава (штриховой линией указаны значения усталостной долговечности образцов без ЭПО)

В третьей главе «Влияние электронно-пучковой обработки на структуру и фазовый состав технически чистого титана, разрушенного при усталостных испытаниях» представлены результаты исследований

структуры и фазового состава технически чистого титана ВТ1-0 в исходном состоянии, после облучения интенсивным импульсным электронным пучком в различных режимах ( $E_s = 25$  и  $30$  Дж/см $^2$ ) и после многоцикловых усталостных испытаний до разрушения.

Численное решение задачи о нахождении температурного поля, формирующегося в поверхностном слое титана, облученного интенсивным электронным пучком, позволило оценить толщину модифицированного слоя, максимальную температуру, достигаемую на поверхности облучения, градиент температуры, скорости нагрева и охлаждения, интервал времени существования материала в различном агрегатном состоянии (рисунок 3). Расчеты выполнялись для интенсивного электронного пучка с длительностью импульса 150 мкс и плотностью энергии, изменяющейся в интервале 20-30 Дж/см $^2$ . Было показано, что облучение титана в одноимпульсном режиме пучком электронов при указанных параметрах приводит к плавлению поверхностного слоя толщиной от 11,3 (20 Дж/см $^2$ ) до 25,2 мкм (30 Дж/см $^2$ ). Данный слой разбивается на два подслоя: поверхностный, толщиной от 4,5 до 16,6 мкм, являющийся однофазным (жидкость), и переходный слой толщиной от 6,8 до 8,6 мкм, являющийся двухфазным (жидкость + твердое состояние).

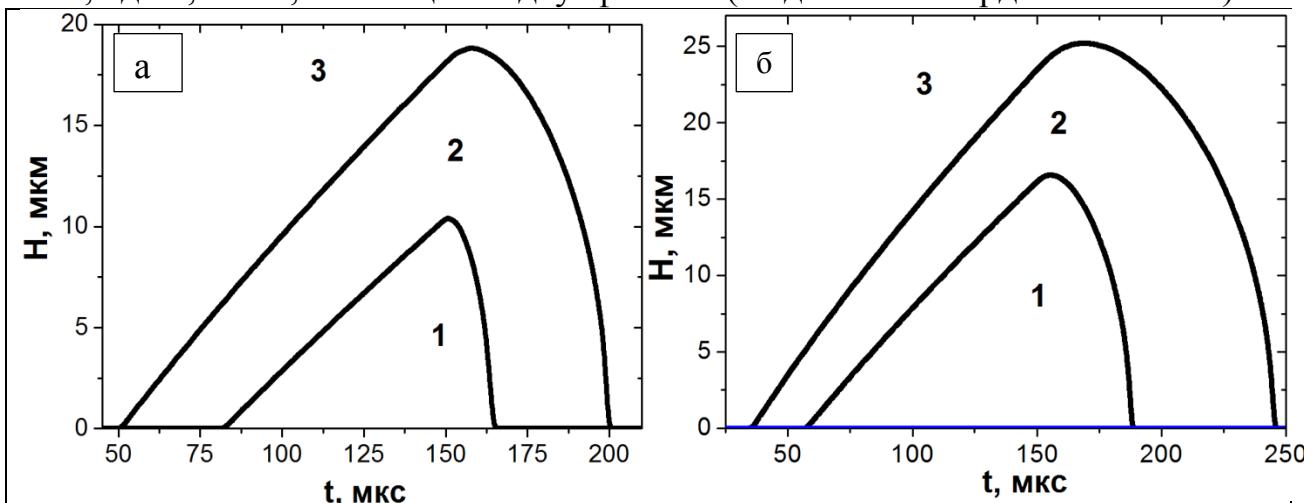


Рисунок 3 – Зависимости толщины слоя 1 (жидкость) и слоя 2 (твердая фаза + жидкость) от времени наблюдения при облучении поверхности титана электронным пучком с плотностью энергии 25 Дж/см $^2$  (а) и 30 Дж/см $^2$  (б) (длительность импульса 150 мкс); область 3 – область расположения твердой фазы (слой термического влияния)

Исследование морфологии поверхности, сформировавшейся в результате усталостных испытаний до разрушения технически чистого титана, облученного электронным пучком, позволило подтвердить правильность результатов тепловых расчетов. Было установлено, что усталостный излом имеет многослойное строение и характеризуется наличием поверхностного слоя толщиной 10 – 15 мкм, промежуточного слоя толщиной 25 – 35 мкм, переходного слоя и основного объема материала (слои 1 – 4 на рисунке 4, б). Поверхностный слой имеет столбчатое строение, что, очевидно, указывает на высокую скорость кристаллизации материала. Таким образом, сопоставляя

результаты, представленные на рисунках 3 и 4, отметим, что поверхностный слой 1 сформировался в результате плавления и скоростной кристаллизации однофазного (жидкая фаза) состояния; слой 2 является слоем, сформировавшимся в результате кристаллизации двухфазного (жидкая фаза + твердая фаза) состояния материала.

Технически чистый титан в исходном состоянии является поликристаллическим агрегатом. После усталостных испытаний в объеме зерен наблюдается дислокационная субструктура, представленная хаотически распределенными дислокациями, либо дислокациями, формирующими нерегулярную сетчатую субструктуру со скалярной плотностью дислокаций  $\approx 2,8 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$ . Подобная дислокационная субструктура выявляется в объеме зерен технически чистого титана, как в поверхностном слое, так и в слое, расположенному на расстоянии (150-200) мкм от поверхности образца.

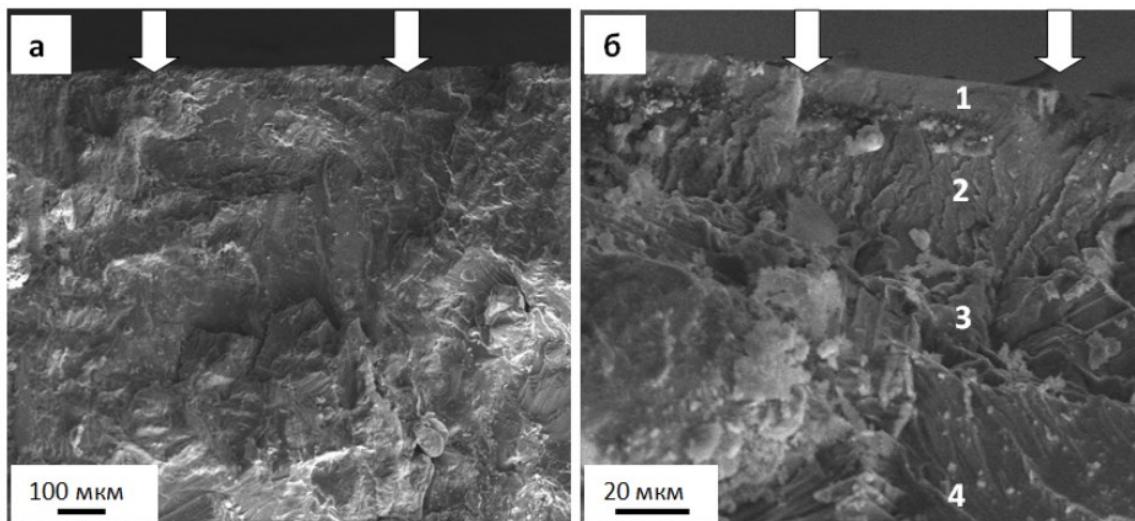


Рисунок 4 – Структура поверхности разрушения образца титана в исходном состоянии (а), подвергнутого ЭПО ( $E_s=25 \text{ Дж/см}^2$ ) перед усталостным испытанием (б). На (а) стрелками указаны поверхность облучения

Структура поверхностного слоя технически чистого титана, облученного электронным пучком и разрушенного в результате усталостных испытаний, существенно отличается от структуры, выявленной в титане необлученного состояния. А именно, поверхностный слой толщиной  $\approx 10$  мкм имеет пластинчатую структуру (рисунок 5, а). Пластины а-Ti, как правило, расположены под углом (70 – 90) град. к поверхности облучения. По мере удаления от поверхности облучения эта тенденция теряется и на глубине  $\approx 10$  мкм пластины располагаются более разнообразно по отношению к поверхности облучения. На глубине (12-15) мкм наряду с пластинчатой структурой выявляется субзеренная структура (рисунок 5, б), которая становится преобладающим типом структуры материала в слое, расположенным на расстоянии (30-40) мкм от поверхности облучения (рисунок 5, в). Зеренная структура, подобная структуре необлученных разрушенных образцов технически чистого титана ВТ1-0, выявляется на

глубине  $\approx 80$  мкм (рисунок 5, г). Скалярная плотность дислокаций, усредненная по всем типам дислокационных субструктур, после ЭПО уменьшается более, чем в 2 раза –  $1,2 \cdot 10^{10}$  см $^{-2}$ .

Таким образом, физической причиной увеличения усталостной долговечности технически чистого титана марки ВТ1-0, облученного интенсивным импульсным электронным пучком, является формирование пластинчатой субструктуры, инициированное высокоскоростной кристаллизацией поверхностного слоя титана и снижение средней плотности дислокации  $\langle\rho\rangle$ .

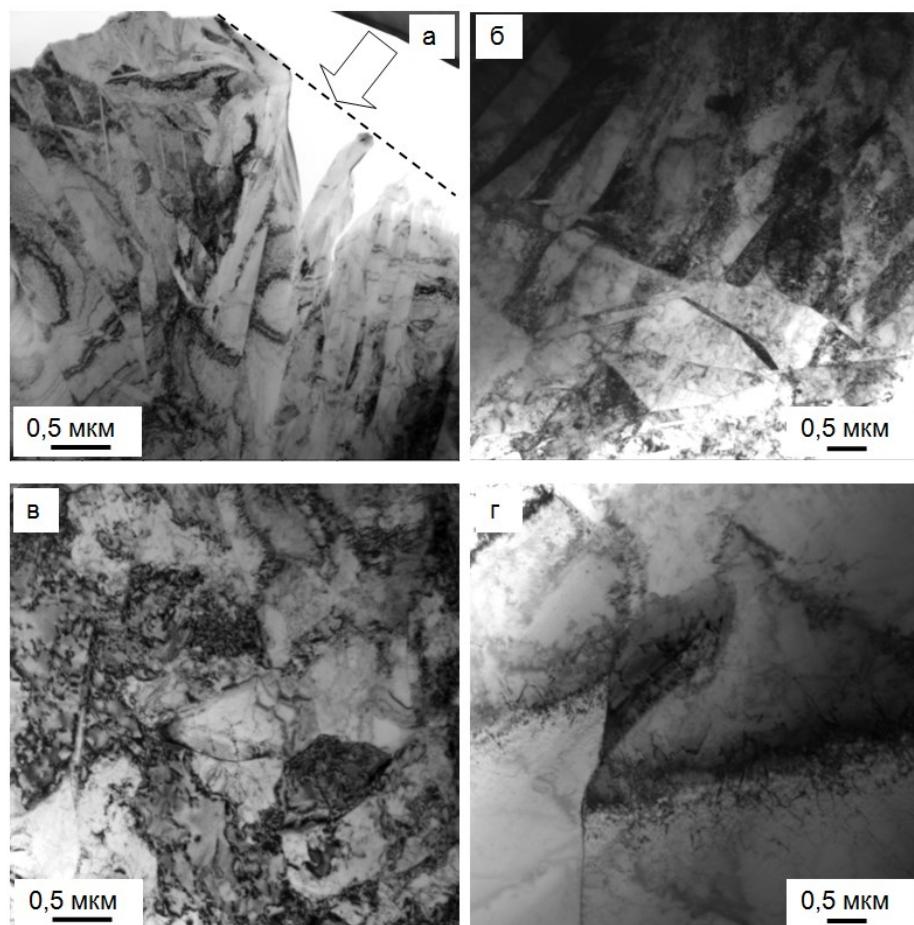


Рисунок 5 – Электронно-микроскопическое изображение структуры технического титана, подвергнутого ЭПО ( $E_s = 25$  Дж/см $^2$ ) и последующим усталостным испытаниям до разрушения (на (а) штриховой линией обозначена поверхность образца, стрелкой указано направление облучения электронным пучком)

В четвертой главе «Влияние токовой импульсной обработки на структуру и фазовый состав титана ВТ1-0 при многоцикловой усталости» проанализировано влияние токовых импульсов на структуру и фазовый состав титана после разрушения, подвергнутого токовой импульсной обработке и при обычной усталости.

Установлено, что структура поверхностного слоя титана, разрушенного в результате усталостных испытаний, имеет тонкий (толщина слоя не превышает 4,5 мкм) поверхностный слой с нанокристаллической зерено-субзеренной структурой. Средний размер зерен, формирующих данный слой, составляет  $58,6 \pm 21,5$  нм. Распределение зерен по размерам близко к логарифмически нормальному. Зерна формируют разориентированные друг относительно друга слои, расположенные параллельно поверхности образца. Толщина таких слоев, в большинстве случаев, соответствует среднему размеру зерен.

Прилегающий к наноструктурированному поверхностному слою объем материала имеет пластинчатую структуру и характеризуется наличием большого количества изгибных экстинкционных контуров, что свидетельствует о высоком уровне внутренних полей напряжений, приводящих к изгибу-кручению кристаллической решетки. Следует отметить, что подобная нанокристаллическая структура отмечается на глубине вплоть до 7-8 мкм и формируется она в стыках исходных зерен титана.

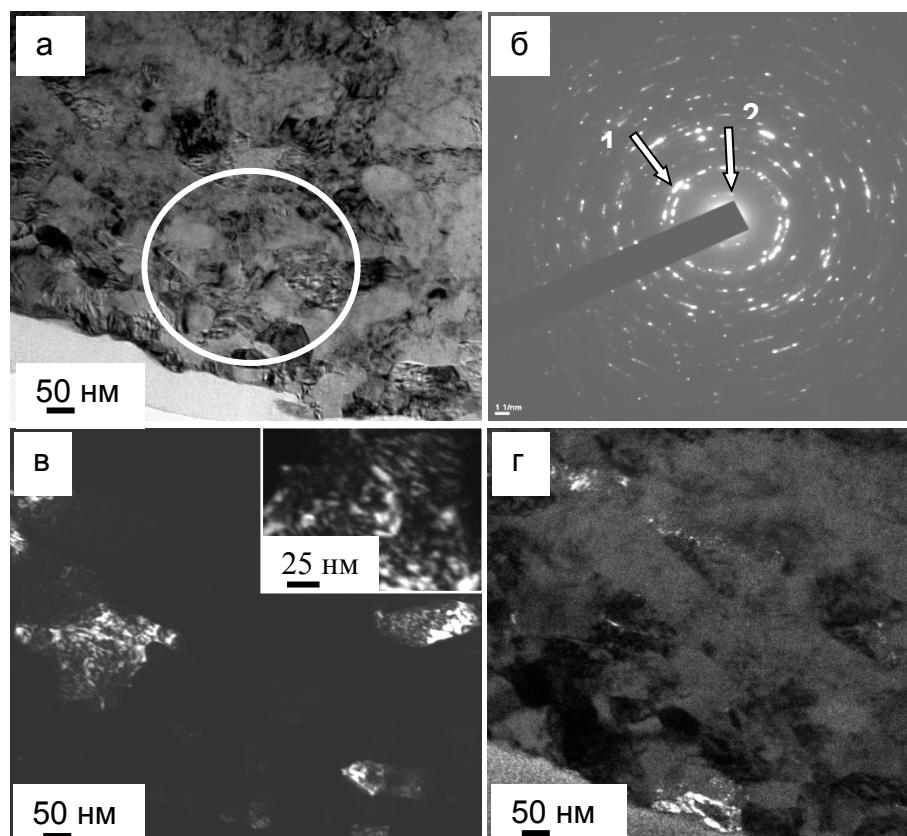
Полученные методами дифракционной электронной микроскопии результаты исследования фазового состава поверхностного наноструктурированного слоя образцов, разрушенных в результате усталостных испытаний представлены на рисунке 6. Анализ микроэлектронограммы, представленной на рисунке 6, а, выявил кольцевой характер ее строения. Данное обстоятельство свидетельствует, во-первых, о малом размере кристаллитов, формирующих микроэлектронограмму, и, во-вторых, о большеугловой разориентации данных кристаллитов, т.е. о формировании зерено-субзеренной структуры в поверхностном слое в результате усталостных испытаний.

Индцирование микроэлектронограммы, свидетельствует о многофазном состоянии поверхностного слоя материала. Основной фазой является  $\alpha$ -модификация титана, рефлексы которой формируют кольцевую структуру. Следовательно, нанокристаллические зерна образованы  $\alpha$ -модификацией титана. Темнопольный анализ поверхностного слоя в рефлексах кристаллической решетки  $\alpha$ -титана выявил наличие крапчатого контраста в объеме кристаллитов (рисунок 6, в), что свидетельствует о наличии в наноразмерных кристаллитах  $\alpha$ -титана дефектной субструктуре.

Кроме рефлексов  $\alpha$ -титана на микроэлектронограмме выявлены рефлексы оксидной фазы титана. Оксиды титана располагаются в основном вдоль границ кристаллитов  $\alpha$ -титана; частицы имеют округлую форму, размеры частиц изменяются в пределах 10 нм (рисунок 6, г). Следует отметить, что частицы оксидной фазы выявлены исключительно в поверхностном наноструктурированном слое образца. В объеме образца частиц оксидной фазы не обнаружено. Формирование частиц оксидной фазы является, по-видимому, результатом проникновения атомов кислорода по мало- и большеугловым границам кристаллитов в процессе усталостных испытаний материала.

В результате усталостных испытаний установлено, что в сравнительно тонком (не более 4 мкм) поверхностном слое образцов формируется субмикрокристаллическая структура, средний размер кристаллитов которой  $422,7 \pm 400$  нм. Следовательно, ТИО образцов в процессе усталостных испытаний приводит к многократному увеличению размеров кристаллитов поверхностного слоя.

Следующей особенностью зеренной структуры поверхностного слоя является сравнительно (относительно структуры поверхностного слоя, формирующейся при усталостных испытаниях без ТИО) большой разброс зерен по размерам. Причиной этому, по-видимому, являются процессы рекристаллизации, имеющие место при такой обработке.



а – светлопольное изображение поверхностного слоя (нижняя граница рисунка соответствует поверхности образца); б – микроэлектронограмма, полученная с участка, выделенного на (а) овалом; в – темнопольное изображение участка фольги (а), полученное в [002] $\alpha$ -Ti (рефлекс 1, указанный стрелкой на б); г – темнопольное изображение участка фольги (а), полученное в [020] $Ti_3O_5$  (рефлекс 2, указанный стрелкой на б)

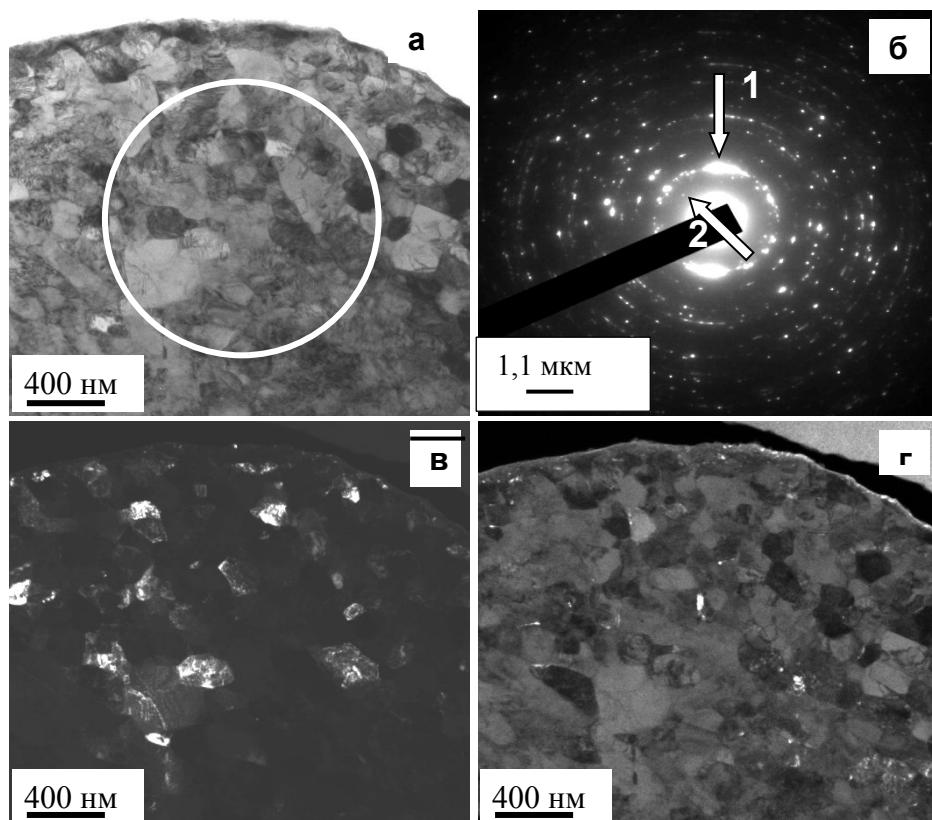
Рисунок 6 – Структура поперечного сечения образца, разрушенного в результате усталостных испытаний

Еще одной особенностью образцов, разрушенных в результате усталостных испытаний после ТИО, является сравнительно низкий уровень изгиба-кручения кристаллической решетки материала. Следовательно,

токовая импульсная обработка образцов в процессе усталостных испытаний способствует снижению количества источников внутренних полей напряжений в поверхностном слое материала.

Фазовый анализ поверхностного слоя образцов, разрушенных в результате усталостных испытаний после ТИО выявил формирование многофазной структуры, подобной структуре образцов, рассмотренных выше. А именно, основной фазой исследуемого слоя является  $\alpha$ -титан, вторыми фазами являются частицы оксидов титана. Результаты микродифракционного анализа с использованием темнопольной методики, приведены на рисунке 7.

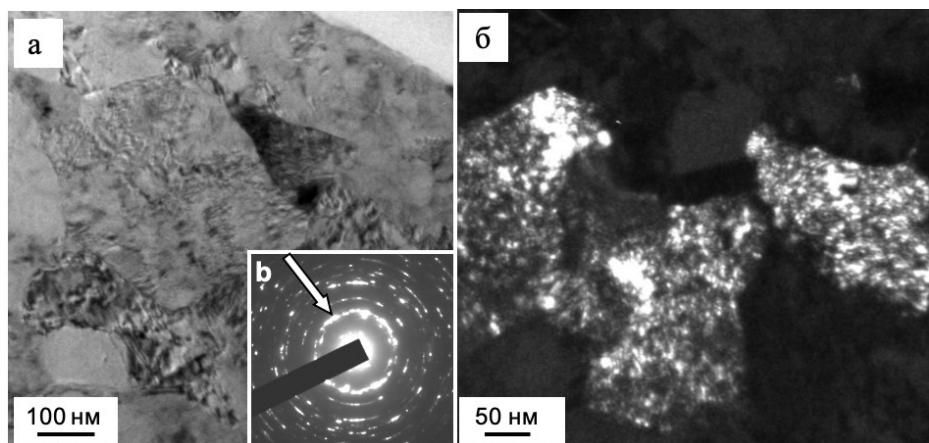
Из анализа результатов, представленных на рисунке 7 следует, что частицы оксидной фазы располагаются вдоль границ зерен и субзерен  $\alpha$ -титана. Размеры частиц оксидной фазы изменяются в пределах 10 - 35 нм, что заметно больше размеров частиц окисной фазы, формирующихся в поверхностном слое титана, подвергнутого усталостным испытаниям без ТИО.



а – светлопольное изображение поверхностного слоя (нижняя граница рисунка соответствует поверхности образца); б – микроэлектронограмма, полученная с участка, выделенного на (а) овалом; в – темнопольное изображение участка фольги (а), полученное в  $[011]\alpha\text{-Ti}$  (рефлекс 1, указанный стрелкой на б); г – темнопольное изображение участка фольги (а), полученное в  $[200]\text{Ti}_2\text{O}$  (рефлекс 2, указанный стрелкой на б)

Рисунок 7 – Структура поперечного сечения образца, разрушенного в результате усталостных испытаний после ТИО

Усталостные испытания сопровождаются формированием в зернах поверхностного слоя дефектной субструктурой. Она выявляется на светлопольных (рисунок 8, а) и на темнотпольных (рисунок 8, б) изображениях структуры (рисунок 8).



а – светлопольное изображение поверхностного слоя;  
б – микроэлектронограмма; в – темнотпольное изображение участка фольги (а),  
полученное в рефлексе [002] $\alpha$ -Ti (рефлекс указан стрелкой на б)  
Рисунок 8 – Структура поперечного сечения образца, разрушенного в  
результате усталостных испытаний после ТИО

Выявлены физические механизмы, ответственные за увеличение усталостной долговечности материала после ТИО. Энергетическое воздействие сопровождается многократным увеличением размеров кристаллитов  $\alpha$ -титана поверхностного слоя материала, что обусловлено процессами рекристаллизации; способствует снижению количества источников внутренних полей напряжений в поверхностном слое материала, что обеспечивает снижение потенциально опасных мест трещинообразования; приводит к существенному увеличению размеров частиц оксидной фазы, формирующихся в поверхностном слое титана при усталостных испытаниях.

В пятой главе приведены результаты использования исследований диссертационной работы в промышленных условиях, в научном и учебном процессах. Проведено опытно-промышленное опробование предлагаемых способов электронно-пучковой и электронной импульсной обработок титановых сплавов в условиях ООО «Вест 2002» и ООО «Ремкомплект». Результаты диссертационной работы используются в учебном процессе при подготовке аспирантов по специальности 03.06.01 «Физика и астрономия», а также бакалавров по специальности 22.03.01 «Материаловедение и технологии материалов».

В заключении изложены итоги данного исследования, приведены выводы по диссертационной работе.

В приложениях приведены справки и акты об использовании и апробации результатов диссертационной работы.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате проведенных исследований методами современного физического материаловедения установлено влияние электронно-пучковой обработки и воздействия мощными токовыми импульсами на изменение усталостной долговечности технически чистого титана марки ВТ1-0, формирование его структуры, фазового состава и дефектной субструктуре в условиях усталостного нагружения до разрушения. Выполненные исследования позволяют сделать следующие выводы:

1. Установлено, что воздействие мощными токовыми импульсами (частота токовых импульсов – 70 Гц, длительность воздействия – 2 мин, амплитуда токовых импульсов – 2 кА) на образцы титанового сплава марки ВТ1-0 увеличивает усталостную долговечность в 1,3 раза, а воздействие низкоэнергетическими электронными пучками (энергия электронов 16 кэВ, плотность энергии пучков электронов - 10 – 30 Дж/см<sup>2</sup>; длительность импульса - 150 мкс; число импульсов – 3; частота следования импульсов – 0,3 Гц) приводит к увеличению его усталостной долговечности в 1,2 – 2,2 раза.

2. Выполнены численные расчеты температурного поля, формирующегося в поверхностном слое титана, облученного интенсивным электронным пучком. Показано, что слой со структурой пластинчатой морфологии, примыкающий к поверхности облучения, сформировался в результате скоростной кристаллизации однофазного (жидкая фаза) состояния титана; лежащий под ним подслой с пластинчато-субзеренной структурой сформировался в результате скоростной кристаллизации двухфазного (жидкая фаза + твердая фаза) состояния; слой с субзеренной структурой является слоем термического влияния.

3. Установлено, что физическими причинами увеличения усталостной долговечности технически чистого титана марки ВТ1-0 после ЭПО является формирование пластинчатой субструктуры, обусловленное высокоскоростной кристаллизацией поверхностного слоя титана и снижение скалярной плотности дислокаций более, чем в два раза.

4. Показано, что токовая импульсная обработка технически чистого титана марки ВТ1-0 сопровождается многократным увеличением размеров кристаллитов  $\alpha$ -титана поверхностного слоя материала, что обусловлено процессами рекристаллизации; способствует снижению количества источников (концентраторов) и уровня внутренних полей напряжений в поверхностном слое материала, что обеспечивает снижение потенциально опасных мест трещинообразования; приводит к существенному увеличению размеров частиц оксидной фазы, формирующихся в поверхностном слое образцов при усталостных испытаниях.

5. Научные результаты диссертационной работы по установлению режимов электронно-пучковой обработки титана, приводящих к повышению усталостного ресурса, использованы в практике научной деятельности СибГИУ и Самарского университета, в образовательной сфере при подготовке студентов и аспирантов, апробированы и используются на малых предприятиях Кемеровской области.

## СПИСОК ОСНОВНЫХ ОПУБЛИКОВАННЫХ РАБОТ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

### *Статьи в журналах, рекомендованных ВАК РФ*

1. Коновалов, С. В. Роль обработки электронными пучками в изменении структуры и фазового состава сталей и сплавов, подвергаемых испытаниям на многоцикловую усталость [Текст] / С. В. Коновалов, С.В. Воробьев, В. Е. Громов, Ю. Ф. Иванов, И. А. Комиссарова, Т. Ю. Кобзарева // Проблемы черной металлургии и материаловедения. – 2015. – № 4. – С. 92–97.
2. Коновалов, С. В. Структура титанового сплава, модифицированного электронными пучками и разрушенного при усталости [Текст] / С.В. Коновалов, И. А. Комиссарова, Д. А. Косинов [и др.] // Письма о материалах. – 2017. – Т. 7. – № 3 (27). – С. 266–271.
3. Коновалов, С. В. Исследование титанового сплава, подвергнутого электронно-пучковой обработке, приводящей к повышению усталостного ресурса [Текст] / С. В. Коновалов, И. А. Комиссарова, С. Чэн [и др.] // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. – 2018. – Т. 15. – №1. – С. 109–113.
4. Комиссарова, И. А. Изменение при многоцикловой усталости структуры титанового сплава ВТ1-0, подвергнутого токовому импульльному воздействию [Текст] / И. А. Комиссарова, Д. А. Косинов, С. В. Коновалов [и др.] // Ползуновский вестник. – 2018. – № 3. – С. 139–143.
5. Комиссарова, И. А. Влияние токового импульсного воздействия на структуру титанового сплава при многоцикловой усталости [Текст] / И. А. Комиссарова, С. В. Коновалов, Д. А. Косинов, А.В. [и др.] // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. – 2018. – Том 15. – №3. – С. 409–415.
6. Коновалов, С.В. Влияние электронно-пучковой обработки на структуру технически чистого титана, подвергнутого усталостному разрушению / С.В. Коновалов, И.А. Комиссарова, А.М. Глазер, Ю.Ф. Иванов, В.Е. Громов, С. Чэн // Деформация и разрушение материалов. – 2019. - № 9. – С. 42-48.

### *Статьи Scopus и Web of Science*

1. Konovalov, S. V. Effect of electron beam treatment on structural change in titanium alloy VT-0 at high-cycle fatigue / S. V. Konovalov, I. A. Komissarova, D. A. Kosinov, Yu. F. Ivanov, O. V. Ivanova, V. E. Gromov // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. 2016. – Vol. 150. – P. 1–6 (012037).
2. Konovalov, S. V. Increase in Reliability of Metal Articles with Impulse Current Effect / S.V. Konovalov, I.A. Komissarova, D.A. Kosinov, V.E. Gromov, A.P. Semin // MATEC Web of Conferences. 2016. – No. 67. – P. 1–6 (06109).
3. Konovalov, S.V. Increase of fatigue life of titanium VT1-0 after electron beam treatment / S.V. Konovalov, I.A. Komissarova, D.A. Kosinov, Yu.F. Ivanov, V.E. Gromov, O.A. Semina // Key Engineering Materials. 2016. - Т. 704. - P. 15-19.

4. Konovalov, S.V. Structural and phase changes under electropulse treatment of fatigue-loaded titanium alloy VT1-0 / S.V. Konovalov, I.A. Komissarova, Yu.F. Ivanov, V.E. Gromov, D.A. Kosinov // Journal of Materials Research and Technology. 2019. – V 8 (1). – P. 1300-1307.

*Результаты интеллектуальной деятельности*

1. РФ Свидетельство о государственной регистрации базы данных в гос. реестре № 2016621369. Изменение усталостной долговечности титана BT1-0 после электронно-пучковой обработки / С.В. Коновалов, И.А. Комиссарова, К.А. Осинцев, Д.А. Косинов, Ю.Ф. Иванов, В.Е. Громов. – Заявка № 2016621369; (РФ) заявл. 17.08.2016; зарегистрировано 10.10.2016.
2. РФ Свидетельство о государственной регистрации базы данных в гос. реестре № 2015620895. Изменение скорости ультразвуковой волны в титане BT1-0 после электронно-пучковой обработки / С.В. Коновалов, И.А. Комиссарова, К.А. Осинцев, К.А. Бутакова [и др.]. – Заявка № 2015620405; (РФ); заявл. 21.04.2015; зарегистрировано 09.06.2015.
3. Пат. № 2626740 Россия. МПК C21D 9/22, C21D 1/09, C23C 26/00. Способ электронно-лучевой обработки изделия из технического титана BT1-0 / С.В. Коновалов, И.А. Комиссарова, Д.А. Романов [и др.]; (РФ). - № 2616740; заявл. 23.09.2015; опубл. 18.04.2017, Бюл. № 11. – 8 с.

*В других изданиях*

1. Комиссарова, И.А. Усталостная долговечность технически чистого титана, при обработке высокоинтенсивным импульсным электронным пучком / И.А. Комиссарова, С.В. Коновалов, Ю.Ф. Иванов // В книге: XIV Международный семинар структурные основы модификации материалов МНТ-XIV. Тезисы докладов XIV международного семинара. 2017. - С. 14.
2. Новиков, М.Ю. Влияние обработки импульсными электронными пучками на поверхность разрушения титанового сплава BT1-0 / М.Ю. Новиков, И.А. Комиссарова, Д.А. Косинов, Ю.Ф. Иванов, С.В. Коновалов // Международная молодежная научная конференция, посвящённая 110-летию со дня рождения академика С. П. Королёва. 2017. - Т. 1. - С. 147.
3. Осинцев, К.А. Исследование зеренной структуры технически чистого титана BT1-0, обработанного электронным пучком и разрушенного при многоцикловой усталости / К.А. Осинцев, И.А. Комиссарова, К.А. Бутакова, Д.В. Загуляев, С.В. Коновалов, Ю.Ф. Иванов // Актуальные проблемы прочности. Сборник тезисов LVIII международной конференции. 2017. - С. 49.
4. Комиссарова, И.А. Усталостная долговечность технически чистого титана, обработанного высокоинтенсивным импульсным электронным пучком / И.А. Комиссарова, С.В. Коновалов, Д.А. Косинов, Ю.Ф. Иванов // Актуальные проблемы прочности. Сборник тезисов LVIII международной конференции. 2017. - С. 68.
5. Осинцев, К.А. Модельные представления о теплофизических процессах, протекающих в поверхностном слое титана BT1-0 при воздействии

электронным пучком / К.А. Осинцев, И.А. Комиссарова, С.В. Коновалов, Д.А. Косинов, О.В. Завацкий, Ю.Ф. Иванов, А.Д. Тересов, О.В. Иванова // Современные проблемы физики и технологий. Тезисы докладов V Международной молодежной научной школы-конференции. Национальный исследовательский ядерный университет "МИФИ". 2016. - С. 241-243.

6. Комиссарова, И.А. Влияние электронно-пучковой обработки на изменение скорости ультразвука в титане ВТ1-0 / И.А. Комиссарова, Д.А. Косинов, С.В. Коновалов, К.А. Осинцев, Ю.Ф. Иванов, В.Е. Громов // Перспективные материалы и технологии. Международный симпозиум посвящен 40-летию ИТА НАН Беларуси. 2015. - С. 107.

7. Комиссарова, И.А. Усталостная долговечность технически чистого титана ВТ1-0, подвергнутого различным видам поверхностной обработки / И.А. Комиссарова, С.В. Коновалов, Д.А. Косинов, Ю.Ф. Иванов, В.Е. Громов // Инновационный конвент «Кузбасс: образование, наука, инновации». 2017. - С. 386-388.

8. Комиссарова, И. А. Анализ термического влияния электронно-пучковой обработки титанового сплава ВТ1-0 на изменение его фазового состава [Текст] / И. А. Комиссарова, Д. А. Косинов, С. В. Коновалов др. // Тезисы докладов международной конференции "Перспективные материалы с иерархической структурой для новых технологий и надежных конструкций". – Томск: ИФПМ СО РАН, 2017. – С. 81–82.

9. Новиков, М. Ю. Влияние токового воздействия на усталость металла [Текст] / М. Ю. Новиков, Д. А. Косинов, И. А. Комиссарова И.А. [и др.] // Тезисы XIV Международного семинара "Структурные основы модификации материалов". Обнинск : ИАЭТ, 2017. – С. 48.

10. Коновалов, С.В. Влияние электронно-пучковой обработки на изменение структуры и фазового состава титанового сплава ВТ1-0 при усталости / С.В. Коновалов, И.А. Комиссарова, Д.А. Косинов, Ю.Ф. Иванов, В.Е. Громов // Всероссийская научно-техническая конференция «Современные достижения в области металловедения, технологий литья, деформации, термической обработки и антакоррозионной защиты легких сплавов». 2017. - С. 119-130

11. Комиссарова, И. А. Влияние токовой импульсной обработки на структуру технически чистого титана [Текст] / И. А. Комиссарова, А. В. Феоктистов, Д. А. Косинов [и др.] // Материалы Международной научно-технической конференции молодых ученых «Новые материалы, оборудование и технологии в промышленности». – Могилев : БРУ, 2018. – С. 68.

12. Крюкова, Е.Д. Усталостная долговечность технически чистого титана ВТ1-0, модифицированного внешними энергетическими воздействиями / Е.Д. Крюкова, И.А. Комиссарова, Д.А. Косинов, С.В. Коновалов, Ю.Ф. Иванов, В.Е. Громов // Десятая Международная Конференция «Фазовые превращения и прочность кристаллов», памяти академика Г.В. Курдюмова. 2018. - С. 143

13. Комиссарова, И. А. Изменение структуры титанового сплава ВТ1-0, подвергнутого воздействию токовых импульсов при многоцикловой

усталости [Текст] / И. А. Комиссарова, С. В. Коновалов, А. М. Глезер [и др.] // Тезисы X ежегодной юбилейной конференции нанотехнологического общества России. – М. : НОР России, 2019. – С. 9–10.

*Главы в коллективных монографиях*

1. Алсараева, К.В. и др. Современные тенденции модификации структуры и свойств материалов. К 60-летию профессора Ю.Ф. Иванова / К.В. Алсараева [и др.] // Томск. 2015. – 380 с.
2. Антология прочности и пластичности металлов и сплавов при внешних энергетических воздействиях : монография / под ред. В.Е. Громова. – Новокузнецк : Изд. центр СибГИУ. 2018. – 221 с.

Изд. лиц. № 01439 от 05.04.2000. Подписано в печать ХХ.ХХ.2019.

Формат бумаги 60×84 1/16. Бумага писчая. Печать офсетная.

Усл. печ. л. 1,06. Уч. изд. л. 1,17. Тираж 100 экз. Заказ № 581.

Сибирский государственный индустриальный университет.

654007, г. Новокузнецк, ул. Кирова, 42