

На правах рукописи



**Мухаметгалина Айгуль Ахтамовна**

**ВЛИЯНИЕ УЛЬТРАЗВУКОВОЙ ОБРАБОТКИ И СВАРКИ НА  
СТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ТИТАНА**

Специальность

1.3.8. – Физика конденсированного состояния

**АВТОРЕФЕРАТ**

диссертации на соискание ученой степени  
кандидата физико-математических наук

Уфа – 2023

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институте проблем сверхпластичности металлов Российской академии наук (ИПСМ РАН)

Научный руководитель: **Назаров Айрат Ахметович**, доктор физико-математических наук, главный научный сотрудник, заместитель директора по научной работе ФГБУН ИПСМ РАН, г. Уфа

Научный консультант: **Мурзинова Мария Александровна**, кандидат технических наук, доцент, старший научный сотрудник ФГБУН ИПСМ РАН, г. Уфа

Официальные оппоненты: **Макаров Алексей Викторович**, доктор технических наук, член-корреспондент РАН, главный научный сотрудник, заведующий отделом материаловедения, заведующий лабораторией механических свойств ФГБУН Института физики металлов имени М.Н. Михеева УрО РАН, г. Екатеринбург

**Панин Алексей Викторович**, доктор физико-математических наук, доцент, заведующий лабораторией физики поверхностных явлений ФГБУН Института физики прочности и материаловедения СО РАН, г. Томск

Ведущая организация: Институт проблем машиностроения РАН - филиал ФГБУН «Федеральный исследовательский центр Институт прикладной физики им. А.В. Гапонова-Грехова Российской академии наук», г. Нижний Новгород

Защита состоится «17» октября 2023 г. в 14:00 час. на заседании диссертационного совета 24.1.105.01 при Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институте проблем сверхпластичности металлов Российской академии наук, расположенном по адресу: 450001, г. Уфа, ул. Ст. Халтурина, 39.

Отзывы на автореферат в 2-х экземплярах, заверенные печатью, просим выслать по адресу: 450001, г. Уфа, ул. Ст. Халтурина 39, ученому секретарю диссертационного совета.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на официальном сайте ИПСМ РАН по адресу: <http://www.imsp.ru/node/430>

Автореферат разослан «\_\_\_» \_\_\_\_\_ 2023 г.

Ученый секретарь диссертационного совета 24.1.105.01

кандидат технических наук



Автократова Елена Викторовна

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

**Актуальность работы.** Разработка энергосберегающих, экологически чистых, наукоемких технологий производства и обработки материалов является приоритетным направлением развития науки и техники. В настоящее время широко используются технологии производства и обработки металлических материалов на основе ультразвукового воздействия, например, при кристаллизации расплавов для получения более однородной и мелкозернистой структуры слитков, а также при поверхностной обработке для упрочнения кристаллических материалов.

Известно, что в кристаллических материалах ультразвуковые волны вызывают генерацию и/или перераспределение дислокаций и вакансий, что может приводить как к упрочнению материалов, так и к разупрочнению. В связи с этим, объемная ультразвуковая обработка (УЗО), основанная на возбуждении в материалах стоячих волн сжатия-растяжения, является одним из перспективных методов ультразвукового воздействия на металлы и сплавы.

В последние десятилетия интерес к УЗО возрос в связи с необходимостью снятия внутренних напряжений в заготовках, полученных методами холодной и теплой пластической деформации. Объемную УЗО в этом случае рассматривают как альтернативу отжигу, так как при определенных условиях она может снижать уровень внутренних напряжений, воздействуя на дефектную структуру материалов, и не вызывать значительного роста зерен. В ряде случаев наблюдали рост пластичности при сохранении высокой прочности и повышение термостабильности структуры. Эффективность воздействия ультразвука зависит от особенностей материала (систем скольжения, энергии дефекта упаковки, температуры плавления и т.д.), амплитуды напряжений, которые возникают под действием высокочастотных колебаний, длительности обработки. Интенсивность колебаний при УЗО относительно невелика, амплитуды истинных деформаций составляют  $10^{-4}$ - $10^{-3}$ .

Другим активно изучаемым в настоящее время направлением применения ультразвука в обработке металлов и сплавов является ультразвуковая сварка (УЗС). В отличие от объемной УЗО, где материал подвергается воздействию осциллирующих напряжений растяжения-сжатия умеренной интенсивности в объеме материала, при УЗС высокочастотные колебания создают знакопеременные сдвиговые деформации на поверхностях контакта соединяемых заготовок, при этом амплитуды деформаций на 2-3 порядка выше, поэтому интенсивность колебаний при УЗС существенно больше. УЗС широко применяется во многих областях промышленности как метод получения твердофазных соединений между тонкими пластинами, лентами, фольгами, проволоками. Показана перспективность использования УЗС для ремонта поврежденных деталей и производства объемных конструкций путем послонной ультразвуковой консолидации. УЗС отличается от других видов сварки относительно низким тепловыделением и энергопотреблением, а также высокой производительностью, при этом прочность соединений может быть сопоставима с прочностью соединений, полученных точечной контактной сваркой.

С физической точки зрения УЗО и УЗС объединяет то, что эти процессы являются различными проявлениями воздействия механических колебаний высокой частоты, отличающихся интенсивностями, покрывающими широкий

интервал амплитуд деформации от  $10^{-4}$ - $10^{-3}$  при УЗО до  $10^{-2}$ - $10^{-1}$  при УЗС. Поэтому представляет интерес изучить влияние высокочастотных колебаний различной интенсивности на изменения структуры и свойств материалов.

Таким образом, знание механизмов воздействия ультразвуковых колебаний на дефектную структуру деформированных материалов, а также понимание структурных изменений в процессе ультразвуковой сварки и их влияния на качество соединений является важным для создания физических основ разработки технологий получения материалов с определенными свойствами.

**Степень разработанности темы исследования.** На сегодняшний день множество вопросов о механизмах воздействия ультразвука на дефектную структуру материалов, а также зависимости их свойств от различных параметров УЗО остаются открытыми. Экспериментальные данные о влиянии ультразвука на структуру и свойства ультрамелкозернистых материалов противоречивы. В опубликованных работах преимущественно рассматривали свойства этих материалов при комнатной температуре, а влияние предварительной УЗО на стабильность микроструктуры и механические свойства при повышенных температурах практически не изучалось.

Несмотря на значительное количество исследований, принципы выбора режимов УЗС и механизмы формирования соединения между металлами и сплавами также остаются дискуссионными. Поэтому для соединения различных материалов оптимальные режимы УЗС устанавливаются экспериментально исходя из возможностей имеющейся сварочной системы. На данный момент наиболее изучены соединения мягких металлов и сплавов на основе Al и Cu, так как их легче сварить. В научной литературе крайне мало работ, посвященных как УЗО, так и УЗС таких широко используемых материалов, как титан и его сплавы. Между тем титан и его сплавы являются распространенным конструкционным материалом в аэрокосмической, машиностроительной, медицинской и других областях промышленности, поэтому информация о возможностях УЗО и УЗС титана имеет научное и практическое значение.

#### **Цель работы:**

Выявить закономерности влияния высокочастотных колебаний различной интенсивности на изменения структуры и механические свойства деформированных сплавов титана при ультразвуковой обработке и сварке.

Для достижения цели решались следующие **задачи:**

1 Исследовать влияние амплитуды напряжений ультразвука на дефектную структуру и прочность при  $20^{\circ}\text{C}$  сплавов титана ВТ1-0, ВТ5 и ВТ6, подвергнутых интенсивной пластической деформации.

2 Оценить структурные изменения в деформированных сплавах титана ВТ5 и ВТ6 после объемной ультразвуковой обработки и выдержки при  $600^{\circ}\text{C}$  и определить диапазон изменений свойств сплава ВТ6 в ходе испытаний на растяжение при той же температуре.

3 Методом молекулярной динамики исследовать влияние внешних осциллирующих напряжений на неравновесную структуру границ зерен и возможность релаксации этой структуры на примере бикристаллов титана.

4 Получить твердофазные соединения листов технически чистого титана при различных режимах ультразвуковой сварки и установить их влияние на качество соединений.

5 Проанализировать структурные изменения в зоне твердофазного соединения листов технически чистого титана, полученных ультразвуковой сваркой.

#### **Научная новизна:**

1 Методом аннигиляции позитронов установлено, что ультразвуковая обработка с амплитудой напряжений 100 МПа приводит к трехкратному увеличению концентрации вакансионных кластеров и двукратному увеличению плотности дислокаций в прутках сплава ВТ5, подвергнутых равноканальному угловому прессованию. Обнаруженные изменения в тонкой структуре сплава способствуют формированию новых рекристаллизованных зерен во время выдержки при 600°C.

2 Установлено, что ультразвуковая обработка с амплитудами напряжений до 100 МПа не приводит к заметному изменению прочностных свойств титановых сплавов при комнатной температуре, но обеспечивает, как показано для сплава ВТ6, повышение удлинения и скоростной чувствительности напряжения течения в ходе деформации с низкими скоростями при 600°C. Это связано с влиянием ультразвуковой обработки на структурные изменения в легированной  $\alpha$ -фазе титана, описанные в предыдущем пункте.

3 Методом молекулярной динамики показано, что снижение дальнедействующих полей напряжений за счет генерации решеточных дислокаций неравновесными границами зерен в титане происходит при амплитуде осциллирующих деформаций, примерно в шесть раз превышающей критическую амплитуду деформаций в никеле.

4 Установлено, что формирование качественного твердофазного соединения листов титана в процессе ультразвуковой сварки сопровождается структурно-фазовыми перестройками, включающими полиморфное  $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$  превращение в результате существенного повышения температуры за счет интенсивного трения и высокоскоростной знакопеременной деформации с последующим охлаждением.

**Теоретическая и практическая значимость.** Теоретическая значимость исследований состоит в получении новых научных результатов о влиянии ультразвука на структуру и свойства деформированных сплавов титана, а также закономерностях эволюции микроструктуры в процессе формирования соединений листов титана с помощью ультразвуковой сварки. Полученные в работе результаты могут быть использованы для дальнейшего развития фундаментальных знаний о взаимодействии кристаллических материалов с высокочастотными колебаниями, а также для разработки новых методов обработки металлов и сплавов.

Важное практическое значение имеют два факта, установленные при выполнении исследований: 1) показано, что ультразвуковая обработка прессованных заготовок сплава ВТ6 повышает показатели сверхпластичности материала при 600°C, что может быть использовано в технологических процессах, основанных на эффекте сверхпластичности; 2) апробированы режимы ультразвуковой сварки, обеспечивающие получение твердофазных соединений листов титана толщиной 0,5 мм, прочность которых сопоставима с прочностью соединений, полученных точечной контактной сваркой.

### **Основные положения, выносимые на защиту:**

1 Эффект увеличения плотности дислокаций и концентрации вакансионных кластеров в деформированном сплаве ВТ5 после ультразвуковой обработки с амплитудой напряжений 100 МПа.

2 Эффект снижения напряжения течения, увеличения удлинения и скоростной чувствительности в ходе испытаний при 600°C сплава ВТ6, подвергнутого равноканальному угловому прессованию и ультразвуковой обработке.

3 Результаты компьютерного моделирования, демонстрирующие эффект снижения дальнедействующих напряжений в титане за счет генерации решеточных дислокаций неравновесными границами зерен при воздействии внешних осциллирующих напряжений.

4 Модель фазово-структурных изменений при формировании твердофазного соединения в процессе ультразвуковой сварки титана.

**Апробация результатов работы.** Основные результаты работы докладывались на следующих конференциях: 18-я международная конференция «Актуальные проблемы прочности», 16-19 мая, 2017 г., Пермь; международная конференция «Ультразвук: проблемы, разработки, перспективы», 25-29 сентября 2017 г., г. Уфа; I Межвузовская школа-конференция «Кайбышевские чтения», 25 апреля, 2018 г., г. Уфа; 20-я международная конференция «Актуальные проблемы прочности», 14-18 мая, 2018 г., Витебск, Беларусь; VI международный симпозиум "Объемные наноматериалы: от науки к инновациям. BNM-2019", 25-27 сентября 2019 г., г. Уфа; VIII международная конференция «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов», 19-22 ноября 2019 г., г. Москва; Открытая школа-конференция стран СНГ «Ультрамелкозернистые и наноструктурные материалы-2020», 5-9 октября 2020 г., г. Уфа; V международная научно-техническая конференция «Мавлютовские чтения» 22–25 марта 2021 г., г. Уфа; Международная научная конференция «Техническая акустика: разработки, проблемы, перспективы» 25-28 мая 2021 г., Витебск, Беларусь; Международная научная конференция «Физика и технологии перспективных материалов-2021», 5-8 октября 2021 г., г. Уфа, Открытая школа-конференция стран СНГ «Ультрамелкозернистые и наноструктурные материалы-2022», 3-7 октября 2022 г., г. Уфа.

**Методология и методы исследования.** При выполнении диссертационной работы был использован методологический подход, заключающийся в системном изучении структурных изменений в титановых сплавах при их взаимодействии с ультразвуковыми колебаниями на уровне низкоинтенсивных осциллирующих напряжений растяжения-сжатия и высокоинтенсивных сдвиговых напряжений. Выбранный подход включал использование теоретических (анализ, сравнение, индукция, дедукция) и эмпирических методов исследования (моделирование, эксперимент).

**Достоверность результатов** экспериментальных исследований обусловлена использованием современных независимых и взаимодополняющих методов структурного анализа (просвечивающей и растровой электронной микроскопии, рентгеноструктурного анализа, аннигиляции позитронов), апробированными (гостированными) методами определения механических свойств, микротвердости, сравнением полученных данных с литературными. Достоверность результатов

численных исследований обеспечена применением известных и апробированных методик (методов молекулярной динамики) и их физической непротиворечивостью.

**Личный вклад автора** заключается в самостоятельном выполнении основной экспериментальной работы, обработке и анализе полученных результатов, а также в непосредственном участии автора в постановке цели и задач исследований, обсуждении результатов и подготовке публикаций. Выбор подходов к постановке и проведению экспериментов по УЗО, УЗС и обсуждение результатов выполнялись под научным руководством д.ф.-м.н. Назарова А.А. К.т.н. Мурзинова М.А. осуществляла научное консультирование при выполнении исследований и анализе структурных изменений в сплавах титана. Компьютерное моделирование проводилось под руководством д.ф.-м.н. Назарова А.А. и к.ф.-м.н. Мурзаева Р.Т. при непосредственном участии соискателя. В работе также использованы результаты спектроскопии времени жизни позитронов, полученные сотрудниками Карлова университета (Прага) Янечек М., Страски Й., Барта К. и Чизеком Я. (M. Janeček, J. Stráský, K. Bartha, J. Čížek), а также результаты испытаний на срез сварных соединений, полученных точечной контактной сваркой, предоставленные к.т.н. Шагиевым М.Р.

**Публикации.** Основное содержание диссертационной работы отражено в 11 публикациях в журналах, рекомендованных ВАК и индексируемых в международных базах данных Scopus и/или Web of Science, 3 из которых относятся к журналам квартиля Q1 и 1 – к журналам категории K-1.

**Структура и объем работы.** Диссертация состоит из введения, пяти глав, выводов, списка литературы из 205 наименований. Работа изложена на 125 страницах машинописного текста, содержит 74 рисунка, 10 таблиц.

Диссертация по своим целям, задачам, содержанию, методам исследования и научной новизне соответствует пп. 1. «Теоретическое и экспериментальное изучение физической природы и свойств неорганических и органических соединений как в кристаллическом (моно- и поликристаллы), так и в аморфном состоянии, в том числе композитов и гетероструктур, в зависимости от их химического, изотопного состава, температуры и давления» и 4. «Теоретическое и экспериментальное исследование воздействия различных видов излучений, высокотемпературной плазмы на природу изменений физических свойств конденсированных веществ» **паспорта специальности 1.3.8. Физика конденсированного состояния.**

## **ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ**

**Во введении** обоснована актуальность выбранной темы диссертационной работы и степень ее разработанности, сформулированы цель и задачи, научная новизна, а также теоретическая и практическая значимость, приведена методология исследований, представлены степень достоверности и апробация результатов, а также основные положения, выносимые на защиту.

**В первой главе** диссертации представлен обзор имеющихся в литературе данных, в том числе полученных методом компьютерного моделирования, о влиянии объемной УЗО на дефектную структуру и свойства отожженных и деформированных кристаллических материалов с крупнозернистой и ультрамелкозернистой структурой. Рассмотрены принцип действия УЗС, данные о

влиянии условий сварки на изменение структуры и прочности соединений. Проанализированы различные гипотезы о механизмах формирования твердофазных соединений. На основе анализа литературных данных сформулированы цель и задачи диссертационной работы.

**Вторая глава** содержит описание материалов и методов исследования. В качестве объектов исследований выбраны технически чистый титан ВТ1-0, однофазный  $\alpha$ -сплав ВТ5 (Ti-5Al-0,5V) и двухфазный ( $\alpha+\beta$ )-сплав ВТ6 (Ti-6Al-4V). Для исследования влияния УЗО на структуру и прочность деформированных титановых сплавов диски титана ВТ1-0 диаметром 10 мм и толщиной 1 мм были подвергнуты кручению на 10 оборотов под давлением 7 ГПа (КВД), а горячекатаные прутки сплавов ВТ5 и ВТ6 диаметром 20 мм – равноканальному угловому прессованию (РКУП) в матрице с углом между каналами 120° по маршруту Вс при температуре 600°C с последующей экструзией при температуре 400°C ( $e_{\Sigma} \approx 4$ ). Для УЗС использовали отожженные листы сплава ВТ1-0 толщиной 0,5 мм (ГОСТ 22178-76).

УЗО проводили на экспериментальной установке с частотой 20 кГц и амплитудами осциллирующих напряжений сжатия-растяжения от 20 до 100 МПа в течение 60 с. УЗС проводили с частотой 20 кГц и амплитудой колебаний 20 мкм. Усилие сжатия (Р) варьировали от 5 до 7 кН, время сварки ( $\tau$ ) составляло 2 и 3 с.

Микроструктуру исследовали на оптических микроскопах Zeiss-Axiovert и Olympus GX-51, а также на растровом микроскопе Mira-3 Tescan в режиме обратно рассеянных электронов (BSE - back scattered electrons) и/или в режиме вторичных электронов (SE – secondary electrons), а также с использованием метода дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD - electron backscatter diffraction). Тонкую структуру образцов исследовали с помощью просвечивающего электронного микроскопа JEM 2000EX при ускоряющем напряжении 160 кВ. Количественный анализ микроструктуры проводили в соответствии с требованиями ГОСТ 21.073.0-75 и ASTM E112-10. Количественный фазовый анализ образцов сплава ВТ6 выполняли точечным методом Глаголева (методом «сетки»).

Рентгеноструктурный анализ (РСА) осуществляли на дифрактометре ДРОН - 4 в  $\text{CuK}\alpha$  излучении при напряжении 40 кВ и токе 30 мА. Съемку осуществляли методом пошагового сканирования (с шагом 0,1° и временем экспозиции 3 с) с фокусировкой по Бреггу – Брентано с щелями Соллера на первичном пучке и графитовым кристалл - монохроматором на дифрагированном пучке. Экспериментальные данные обрабатывали в программе MAUD. Плотность дислокаций оценивали по формуле  $\rho=2(3\varepsilon^2)^{1/2}/Db$ , где  $D$  — средний размер областей когерентного рассеяния (ОКР),  $\langle\varepsilon^2\rangle^{1/2}$  - величина среднеквадратичной микродоформации,  $b$  — вектор Бюргерса.

Для метода аннигиляции позитронов использовали цифровой спектрометр с временным разрешением 145 пс. Разложение времени жизни позитрона на отдельные составляющие выполняли с помощью программы PLRF.

Микротвердость по Виккерсу измеряли в соответствии с требованиями ГОСТ 2999–75 на установках Axiovert100А с приставкой МНТ-10, ИТВ-1-АМ и Duramin - 1/2.

Испытания на растяжение при комнатной температуре проводили на плоских образцах с размерами рабочей части  $l_0=10$  мм,  $a_0=3,4$  мм,  $b_0=1,5$  мм на машине Instron 5982 со скоростью движения траверсы 1 мм/мин в соответствии с



рекомендациями ГОСТ 1497-84. Испытания на растяжение при температуре 600°C с начальными скоростями деформации  $10^{-4}$ – $10^{-3}$  с<sup>-1</sup> выполняли в соответствии с рекомендациями ГОСТ 9651—84 (ИСО 783—89). Время прогрева и выдержки образцов в печи до начала испытаний составляло 1 ч.

Усилия разрушения сварных соединений при испытаниях на срез определяли в соответствии с рекомендациями ГОСТ 6996-66 при комнатной температуре со скоростью движения траверсы 1 мм/мин на испытательной машине Instron 5982.

Моделирование методом молекулярной динамики (ММД) проводили в программе LAMMPS. Для описания межатомного взаимодействия использовали стандартный многочастичный потенциал типа Финниса-Синклера. Анализ и визуализацию структур выполняли с помощью программы OVITO.

**В третьей главе** представлены результаты исследования влияния УЗО с амплитудами напряжений от 20 до 100 МПа на изменения дефектной структуры и прочностные свойства титана и его сплавов, подвергнутых интенсивной пластической деформации.

Первая серия экспериментов было выполнена на образцах титана BT1-0, подвергнутых КВД. После КВД в материале наблюдались разориентированные фрагменты/кристаллиты размерами около 250 нм с высокой плотностью дислокаций и неравновесными границами (рисунок 1). Часть образцов титана после КВД подвергли УЗО с амплитудами напряжений 40, 60 и 80 МПа в течение 60 с. После УЗО значимых различий в размерах кристаллитов и их дислокационном строении методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) выявить не удалось. Попытки получить карты микроструктуры методом EBSD оказались безуспешными, так как из-за высоких внутренних напряжений в материале количество индексированных точек было недопустимо малым.

Методом PCA систематических и значимых различий размеров ОКР, среднеквадратичных микродеформаций и плотности дислокаций до и после УЗО не зафиксировано (таблица 1). В то же время, результаты измерения микротвердости обнаруживают некоторое ее снижение на середине радиуса дисков после УЗО с амплитудами напряжений в диапазоне от 40 до 80 МПа (рисунок 2). Однако это снижение не превышает 10% и близко к величине погрешности измерений.

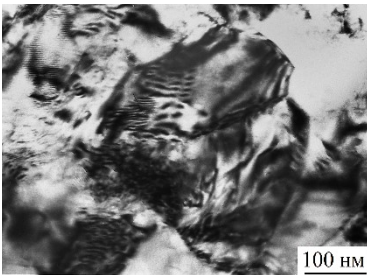


Рисунок 1 - ПЭМ изображение микроструктуры титана BT1-0, подвергнутого КВД

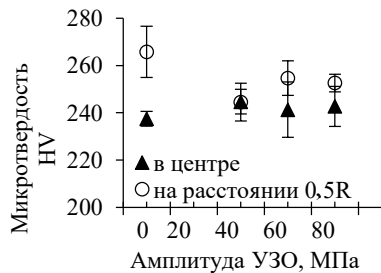


Рисунок 2 - Зависимость микротвердости титана BT1-0 от амплитуды напряжений УЗО

Таблица 1 - Результаты РСА образцов титана ВТ1-0 после КВД и УЗО

Образец	ОКР, нм	$\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2} (\times 10^{-4})$	$\rho, \text{м}^{-2}$
КВД	$84,4 \pm 2,0$	$15,4 \pm 0,5$	$2,1 \times 10^{14}$
УЗО 40 МПа	$90,2 \pm 0,9$	$16,4 \pm 0,4$	$2,1 \times 10^{14}$
УЗО 60 МПа	$88,9 \pm 0,7$	$14,2 \pm 0,4$	$1,9 \times 10^{14}$
УЗО 80 МПа	$83,6 \pm 0,7$	$14,9 \pm 0,5$	$2,1 \times 10^{14}$

Последующие исследования проводили на легированных сплавах титана, подвергнутых РКУП.

Входной контроль микроструктуры прутков сплава ВТ6, подвергнутых РКУП, выявил ее неоднородность. Наряду с УМЗ составляющей, которая представлена смесью кристаллов  $\beta$ - и вторичной  $\alpha$ -фазы, в структуре присутствуют зерна первичной  $\alpha$ -фазы, вытянутые вдоль оси прутков (рисунок 3а). В обеих структурных составляющих наблюдается высокая плотность дислокаций и их скоплений (рисунок 3б). В образцах, подвергнутых УЗО, изменений в дислокационном строении методом ПЭМ не выявлено.

Достоверно оценить размеры ОКР, величины внутренних микронапряжений и плотности дислокаций методом РСА не удалось. Имеющееся в распоряжении программное обеспечение не позволило разделить вклады в уширение линий рентгеновского спектра, связанные с дефектностью структуры и с наложением линий от плоскостей  $\alpha$ - и  $\beta$ -фаз с близкими межплоскостными расстояниями.

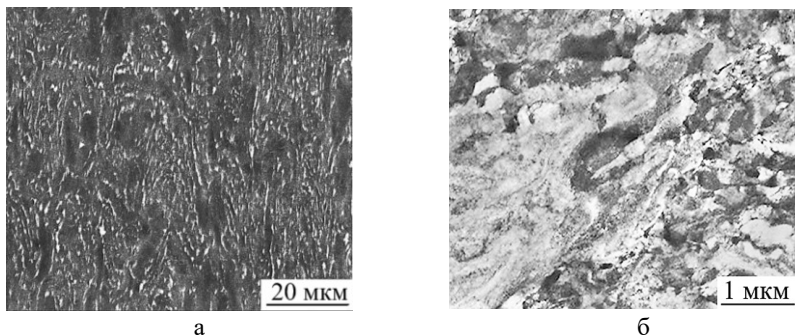


Рисунок 3 - Микроструктура сплава ВТ6, подвергнутого РКУП, в продольном сечении прутка: (а) – BSE, (б) – ПЭМ

Влияние амплитуды напряжений при УЗО на прочностные свойства сплава ВТ6 оценивали по результатам измерения микротвердости (рисунок 4) и испытаний на растяжение при комнатной температуре (рисунок 5).

Микротвердость разных структурных составляющих колеблется в пределах ошибки измерений, то есть этот метод оценки свойств оказался структурно нечувствительным (рисунок 4). Результаты испытаний на растяжение при комнатной температуре также не выявили значимого влияния амплитуды напряжений УЗО величиной до 100 МПа на прочность и пластичность прессованных прутков сплава ВТ6 (рисунок 5). Значимо не отличалась и величина равномерной деформации образцов до и после УЗО.

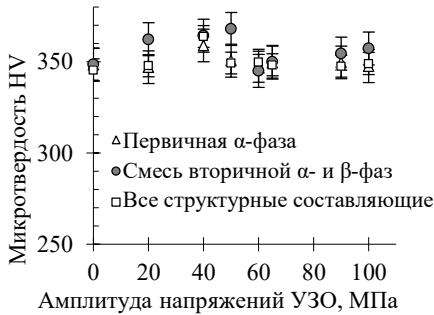


Рисунок 4 - Зависимость микротвердости структурных составляющих сплава ВТ6, подвергнутого РКУП, от амплитуды напряжений УЗО

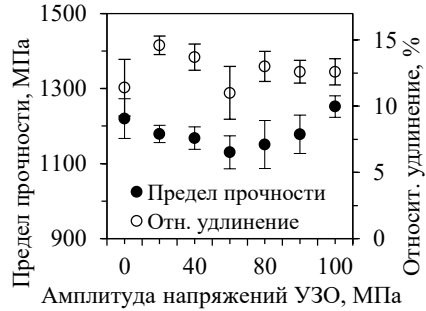


Рисунок 5 - Зависимость предела прочности и относительного удлинения сплава ВТ6, подвергнутого РКУП, от амплитуды напряжений УЗО

Воздействие УЗО на металлы и сплавы с высокой температурой плавления может ярче проявляться при температурах испытания выше 0,3 Тпл, что обусловлено изменением термической стабильности структуры. Поэтому в следующей серии экспериментов сравнивали свойства сплава ВТ6 после РКУП и УЗО с амплитудой напряжений 100 МПа при испытаниях на растяжение при температуре 600°C.

Чтобы исключить влияние структурной неоднородности на свойства при растяжении при 600°C, микроструктура всех прутков была тщательно аттестована. Определяли объемные доли первичной  $\alpha$ -фазы ( $V_{\alpha-1}$ ) и  $\beta$ -фазы ( $V_{\beta}$ ), средние размеры кристаллитов в направлениях, параллельном ( $l_{\alpha-1}$  и  $l_{\beta}$ ) и нормальном ( $b_{\alpha-1}$  и  $b_{\beta}$ ) оси прутка, и протяженность удельных поверхностей межфазных  $\beta/\alpha$  границ ( $\Sigma S_{\alpha/\beta}$ ) и границ первичной  $\alpha$ -фазы ( $\Sigma S_{\alpha-1}$ ). Для УЗО и механических испытаний были отобраны только те прутки, параметры микроструктуры которых соответствовали характеристикам, представленным в таблице 2.

Таблица 2 - Количественные параметры микроструктуры прутков сплава ВТ6

$V_{\alpha-1}$ , %	$V_{\beta}$ , %	$\Sigma S_{\alpha-1}$ , мкм <sup>2</sup> /мкм <sup>3</sup>	$\Sigma S_{\alpha/\beta}$ , мкм <sup>2</sup> /мкм <sup>3</sup>	$b_{\alpha-1}$ , мкм	$l_{\alpha-1}$ , мкм	$b_{\beta}$ , мкм	$l_{\beta}$ , мкм
25±2	8±1	0,17±0,02	2,0±0,1	6,0±0,6	16±2	0,20±0,01	0,46±0,03

Результаты испытаний при 600°C показали, что в большинстве случаев равномерное удлинение образцов существенно меньше, чем общее (таблица 3). Со снижением начальной скорости деформации общее и равномерное удлинение всех образцов ожидаемо увеличивались. При всех скоростях деформации образцы, подвергнутые УЗО, демонстрировали большие значения как удлинения до разрыва, так и равномерного удлинения по сравнению с исходными образцами.

Вид кривых  $\sigma-\epsilon$  не типичен для «классического» сверхпластического течения материала (рисунок 6). Напряжения течения всех образцов достигали максимальных значений при  $\epsilon \approx 0,05$  и затем постепенно снижались. В большинстве

случаев за стадией разупрочнения следовала стадия локализации деформации. Установившаяся стадия течения наблюдалась при испытаниях с начальными скоростями  $1,7 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$  и менее. Наиболее вероятно, что при деформации развивалась динамическая рекристаллизация в зернах первичной  $\alpha$ -фазы.

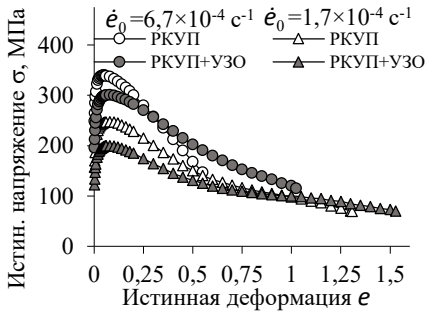


Рисунок 6 - Типичные зависимости  $\sigma$ - $\epsilon$  образцов сплава ВТ6, подвергнутого РКУП и УЗО

Таблица 3 - Относительное удлинение до разрыва ( $\delta$ ) и равномерное удлинение ( $\epsilon_{\text{равн}}$ ) образцов сплава ВТ6, подвергнутого РКУП и УЗО

$\dot{\epsilon}_0, \text{ с}^{-1}$	РКУП		РКУП+УЗО	
	$\delta, \%$	$\epsilon_{\text{равн}}, \%$	$\delta, \%$	$\epsilon_{\text{равн}}, \%$
$1,0 \times 10^{-3}$	136	83	172	118
$6,7 \times 10^{-4}$	162	89	343	178
$3,3 \times 10^{-4}$	188	94	296	139
$1,7 \times 10^{-4}$	429	234	500*	362
$1,0 \times 10^{-4}$	358	297	—	—

\* - без разрушения

Максимальные напряжения течения образцов повышаются с увеличением скорости испытаний (рисунок 7). Образцы сплава ВТ6, подвергнутого УЗО, во всех случаях демонстрировали меньшие значения напряжений течения на начальных стадиях деформации (рисунки 6, 7) и большую чувствительность к скорости деформации (рисунок 8), чем не обработанные ультразвуком.

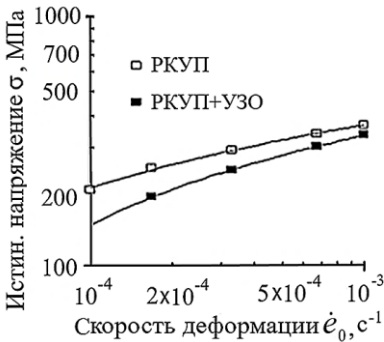


Рисунок 7 - Зависимость истинного напряжения от скорости деформации при испытаниях образцов сплава ВТ6, подвергнутого РКУП и УЗО

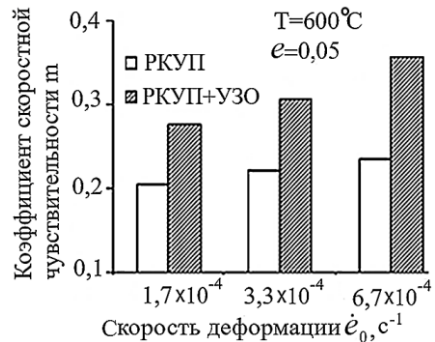


Рисунок 8 - Влияние УЗО на величину коэффициента  $m$  при испытаниях образцов сплава ВТ6, подвергнутого РКУП и УЗО

Анализ микроструктуры в рабочей части испытанных образцов подтвердил гипотезу о развитии рекристаллизации  $\alpha$ -фазы во время испытаний при  $600^\circ\text{C}$ . После деформации в рабочей части всех образцов наблюдалась полностью

рекристаллизованная структура: равноосные  $\alpha$ -зерна размером менее 1 мкм заменили вытянутые крупные зерна первичной  $\alpha$ -фазы.

Анализ микроструктуры в «головках» испытанных образцов показал, что после выдержки при 600°C внутри зерен первичной  $\alpha$ -фазы сформировались новые мелкие зерна, и в образцах, подвергнутых УЗО, их существенно больше (рисунок 9). Несмотря на то, что распределение  $\alpha$ -зерен по размерам в обоих случаях бимодальное, доля площади, занятая зернами размерами 1-2 мкм, увеличивается с 19-21% в образцах, не обработанных ультразвуком, до 48-51% в образцах, подвергнутых УЗО. Доли большеугловых границ (БУГ) также различаются в «головках» не обработанных и обработанных ультразвуком образцов и составляют, соответственно, 38 и 53%.

Вероятно, изменения в тонкой структуре деформированного сплава ВТ6, вызванные УЗО, способствовали развитию процессов возврата и рекристаллизации, которые протекают при прогреве образцов до температуры испытаний. В результате этого на момент начала испытаний в образцах сплава ВТ6, подвергнутых УЗО, формируется более однородная структура с меньшим размером зерен  $\alpha$ -фазы по сравнению с образцами, не обработанными ультразвуком. Обнаруженные различия в микроструктуре могли привести к наблюдаемой разнице свойств при растяжении.

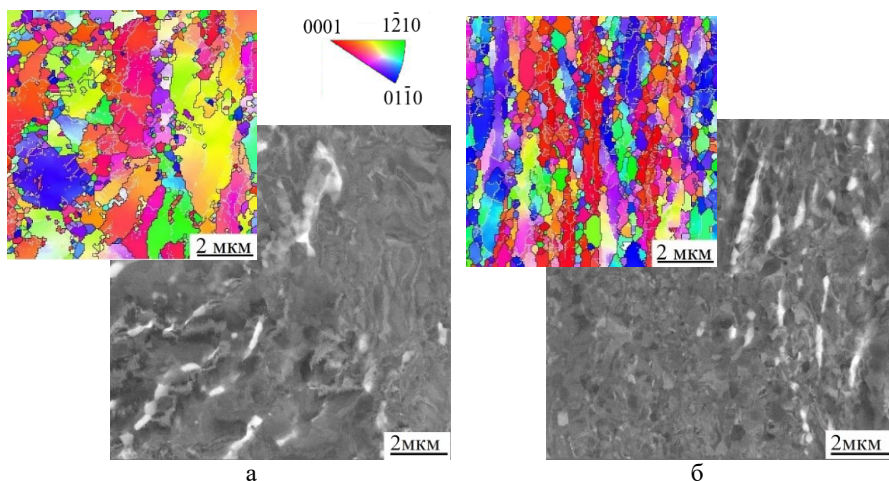


Рисунок 9 - Микроструктура сплава ВТ6, подвергнутого РКУП (а) и РКУП+УЗО (б), в «головках» испытанных образцов

Чтобы получить дополнительную информацию о влиянии УЗО на структурные изменения в  $\alpha$ -фазе легированных сплавов титана, подвергнутых интенсивной пластической деформации, исследования были продолжены на прутках сплава ВТ5, химический состав которого близок к химическому составу  $\alpha$ -фазы сплава ВТ6.

Как и в сплаве ВТ6, микроструктура прутков сплава ВТ5, подвергнутых РКУП, была неоднородной. Наряду с мелкими зернами, наблюдались колонии изогнутых  $\alpha$ -пластин, вытянутых в направлении прессования.

Измерения микротвердости и предела прочности при комнатной температуре образцов сплава ВТ5, как и в предыдущих случаях, не выявили значимого влияния УЗО на эти характеристики (таблица 4). Можно лишь отметить слабую тенденцию к повышению прочностных свойств сплава ВТ5 после УЗО.

Таблица 4 - Значения микротвердости и предела прочности сплава ВТ5

Состояние	Микротвердость HV	$\sigma_b$ , МПа
РКУП	309±13	1401±20
РКУП+УЗО	317±13	1433±20

Как показано выше, изменения в структуре и свойствах деформированного сплава ВТ6, подвергнутого УЗО, проявились только в процессе испытаний на растяжение при 600°C. Поэтому образцы сплава ВТ5 были подвергнуты нагреву и выдержке при 600°C в течение 1,5 ч, что соответствовало минимальному времени выдержки и испытаний образцов сплава ВТ6.

Структурные изменения, которые протекали в образцах сплава ВТ5 при 600°C, были подобны тем, что наблюдались в «головках» испытанных образцов сплава ВТ6. В образцах, обработанных ультразвуком, сформировалась структура с  $\alpha$ -зернами меньших размеров (рисунок 10). Распределение зерен по размерам в обоих случаях бимодальное, однако доля площади, занятая зернами размерами 1-3 мкм, увеличивается с 19-21% в образцах, не обработанных ультразвуком, до 34-36% в образцах, подвергнутых УЗО.

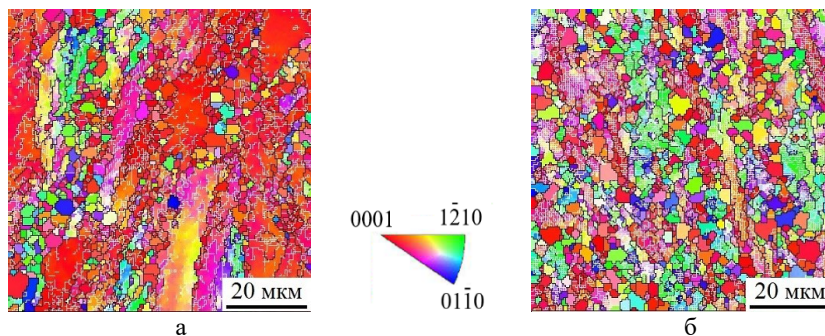


Рисунок 10 - EBSD-изображения микроструктуры сплава ВТ5, подвергнутого РКУП (а) и РКУП+УЗО (б), после выдержки при 600°C в течение 1,5 ч

Результаты исследования влияния УЗО на структуру и свойства сплавов ВТ5 и ВТ6 дают все основания полагать, что УЗО вызвала изменения в дефектной структуре  $\alpha$ -фазы, которые оказали заметное влияние на развитие рекристаллизации в титановых сплавах, подвергнутых РКУП и последующей выдержке при 600°C.

Для выявления особенностей в дефектной структуре  $\alpha$ -фазы титана, обусловленных УЗО, образцы сплава ВТ5 исследовали методами ПЭМ, РСА и аннигиляции позитронов.

На ПЭМ-изображениях структуры сплава ВТ5 в обоих состояниях наблюдали разориентированные фрагменты с очень высокой плотностью дислокаций (рисунок 11). Заметного перераспределения дислокаций после УЗО не наблюдали.

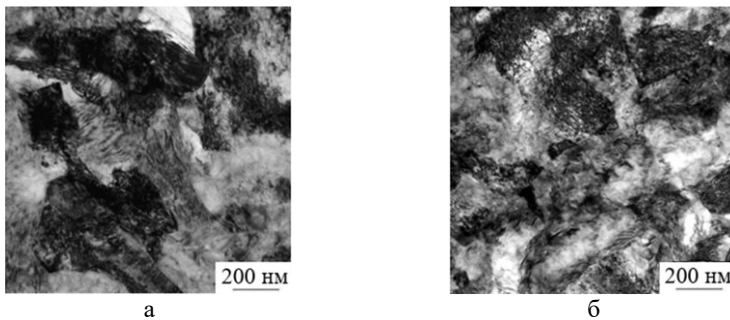


Рисунок 11 - ПЭМ изображения структуры сплава ВТ5 после РКУП (а) и РКУП+УЗО с амплитудой 100 МПа (б) в поперечном сечении прутков

В таблице 5 представлены результаты РСА сплава ВТ5, подвергнутого РКУП, до и после УЗО. По этим данным можно отметить некоторое уменьшение размеров ОКР и слабое увеличение микродеформаций и плотности дислокаций в образцах, подвергнутых УЗО. Методом аннигиляции позитронов также обнаружено почти двукратное увеличение плотности дислокаций и почти трехкратное увеличение концентрации вакансионных кластеров ( $c_{cl}$ ) (таблица 5). Несмотря на то, что различия в плотности дислокаций невелики, результаты метода аннигиляции позитронов и РСА хорошо согласуются.

Таблица 5 - Результаты РСА и метода аннигиляции позитронов в образцах сплава ВТ5

Состояние	РСА			Метод аннигиляции позитронов	
	ОКР, Å	$\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2} (\times 10^{-3})$	$\rho, \text{M}^{-2}$	$\rho, \text{M}^{-2}$	$c_{cl} (10^{-6})$
РКУП	814±49	2,60±0,08	3,7×10 <sup>14</sup>	3,1×10 <sup>14</sup>	3
РКУП+УЗО	684±50	2,95±0,12	5,1×10 <sup>14</sup>	6,5×10 <sup>14</sup>	8

Возможно, именно эти изменения в дефектной структуре легированной  $\alpha$ -фазы титана способствуют формированию новых межзеренных границ и измельчению структуры при последующем нагреве деформированных сплавов до температур  $0,45 \times T_{пл}$ , поскольку вакансионные кластеры могут эффективно закреплять границы ячеек и субзерен, сформировавшихся при деформации, а дислокации достраивать их до высокоугловых границ зерен.

Дополнительные возможности для анализа процессов генерации, движения и взаимодействия дефектов кристаллической решетки под действием высокочастотных колебаний могут дать методы компьютерного моделирования.

**В четвертой главе** представлены результаты молекулярно-динамического моделирования воздействия осциллирующих напряжений на неравновесные границы зерен на примере бикристаллов титана.

Для моделирования были выбраны бикристаллы  $\alpha$ -титана, содержащие симметричные границы зерен с осями наклона  $[1\bar{1}00]$  (бикристалл 1) и  $[0001]$  (бикристалл 2). Неравновесность границы моделировали введением дисклинационных диполей с мощностями 12,06 и 10,41°, соответственно. В направлениях осей  $x$  и  $z$ , лежащих в плоскости границы, задавали периодические граничные условия. В направлении оси  $y$  бикристаллы имели свободные поверхности. Построенные атомные системы были подвергнуты релаксации при температурах 0 и 300 К. К полученным структурам прикладывали синусоидальную нормальную деформацию вдоль оси  $x$   $\varepsilon = \varepsilon_0 \cdot \sin(2\pi t/\tau)$  с периодом  $\tau = 160$  пс при  $T=0$  и 300 К. Амплитуду деформаций  $\varepsilon_0$  варьировали от 0,5 до 5%.

Результаты моделирования показали, что при обеих температурах существует пороговое значение амплитуды деформаций  $\varepsilon_0$ , выше которого граница начинает испускать дислокации. На рисунке 12 показана зависимость деформации  $\varepsilon_{xx}$  вдоль оси  $x$  бикристалла 1 при 0 К от времени воздействия. Как видно, при  $\varepsilon_0 \leq 2,95\%$  деформация  $\varepsilon_{xx}$  изменяется по периодическому закону, и эмиссия дислокаций отсутствует. При амплитудах деформации 2,98% и 3,00% генерация дислокаций границей происходит уже в четвертом и втором циклах соответственно, что приводит к существенному изменению  $\varepsilon_{xx}$ .

На рисунке 13 представлена карта касательных напряжений  $\sigma_{xy}$  в бикристалле 1 в исходном состоянии и после 420 пс циклической деформации, в процессе испускания двух частичных дислокаций. Видно, что эмиссия дислокаций сопровождается снижением дальнедействующих напряжений в границе зерен.

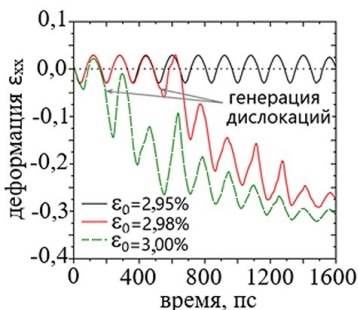


Рисунок 12 - Изменение деформации  $\varepsilon_{xx}$  бикристалла титана 1 в зависимости от времени при  $T=0$  К

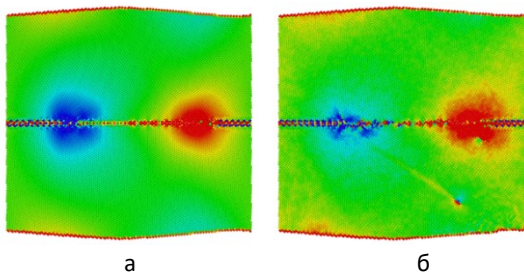


Рисунок 13 - Бикристалл титана 1 до (а) и после 420 пс приложения периодической деформации амплитудой 2,98% (б). Атомы на рисунках окрашены в соответствии со сдвиговой компонентой поля напряжений  $\sigma_{xy}$

Для бикристалла 2 значение пороговой амплитуды деформаций составляет примерно 4,2%. Однако сразу после первого колебательного цикла происходит многократное испускание дислокаций, фасетирование и разрушение границы. Повышение температуры до 300 К для бикристалла 1 приводит к снижению пороговой деформации на 0,3%, а для бикристалла 2 к появлению артефактов, связанных с зарождением многочисленных дислокаций на свободных поверхностях.

Очевидно, что ММД дает завышенные значения критических деформаций, поскольку в реальных материалах границы зерен не являются плоскими и всегда



содержат дефекты, которые существенно снижают критическую деформацию. Высокие напряжения связаны также с высокой скоростью деформации при моделировании. Однако некоторые выводы можно сделать на основе параллельного сравнения результатов, полученных для никеля и титана методами моделирования и эксперимента. Как показывают ранее полученные экспериментальные данные для никеля, подвергнутого КВД и УЗО, амплитуда ультразвуковых напряжений около 30 МПа, что соответствует амплитуде деформаций около 0,015%, приводит к увеличению плотности дислокаций, а релаксация микродеформаций и формирование более равновесных структур происходит при амплитудах напряжений около 60 МПа, что соответствует амплитуде деформаций около 0,03%<sup>1</sup>. Сравнительный анализ результатов ММД показал, что пороговая амплитуда деформаций в бикристаллах титана примерно в шесть раз больше, чем в бикристаллах никеля<sup>2</sup>. Применяя это же соотношение к экспериментальным результатам, можно ожидать повышения плотности дислокаций в деформированном титане при амплитуде деформаций около 0,09%, что соответствует амплитуде напряжений около 100 МПа. Также можно предположить, что эффект релаксации внутренних напряжений в структуре деформированного титана может произойти при амплитудах деформаций около 0,18%, что соответствует амплитудам напряжений около 200 МПа. Такая амплитуда недостижима на имеющемся оборудовании, поэтому экспериментально проверить эту гипотезу на данный момент невозможно.

**Пятая глава** посвящена исследованию эволюции микроструктуры технически чистого титана ВТ1-0 в процессе УЗС, а также изучению влияния усилия сжатия и времени сварки на качество соединений.

Микроструктура исходного листа состояла из равноосных зерен размером  $6,8 \pm 0,3$  мкм. Микротекстура листа типична для титана, подвергнутого прокатке и последующему отжигу.

УЗС листов титана ВТ1-0 толщиной 0,5 мм проводили при четырех режимах:  $P=5$  кН,  $\tau=3$  с;  $P=6$  кН,  $\tau=2$  с;  $P=6$  кН,  $\tau=3$  с;  $P=7$  кН,  $\tau=2$  с, где  $P$  – усилие сжатия,  $\tau$  – время сварки. При выбранных условиях сварки были получены соединения удовлетворительного качества.

В сварных соединениях определяли линейную плотность соединения  $p$  по формуле:  $p=100 \times l/L$ , где  $l$  - длина бездефектного соединения,  $L=6$  мм - длина сварного наконечника. Также оценивали величину максимальной деформации сжатия как  $\varepsilon=100 \times (h_0-h_{min})/h_0$ , где  $h_0$  - толщина двух исходных листов и  $h_{min}$  – наименьшая толщина соединения. Значения  $p$  и  $\varepsilon$  увеличиваются как с ростом времени УЗС при постоянном усилии сжатия, так и с увеличением усилия сжатия при одинаковой длительности сварки (таблица 6).

<sup>1</sup> Microstructure changes in ultrafine-grained nickel processed by high pressure torsion under ultrasonic treatment / Samigullina A. A., Mukhametgalina A. A., Sergeev S. N. [etc.] // Ultrasonics. - 2018. - V. 82. - P. 313-321.

<sup>2</sup> Nazarov, A. A. Molecular dynamics simulation of the relaxation of a grain boundary disclination dipole under ultrasonic stresses / A. A. Nazarov // Letters on Materials. - 2016. - V. 6. - № 3. - P. 179–182.

Таблица 6 - Влияние режимов УЗС на линейную плотность ( $\rho$ , %) и деформацию сжатия ( $\varepsilon$ , %) соединений

$\tau$ , с \ P, кН	5	6	7
	$\rho/\varepsilon$		
2		46/20	70/25
3	74/29	86/35	

В центральной зоне соединений дефектов (пор, несплошностей, трещин,) не наблюдали. Щелевидные дефекты присутствовали только на периферии. В результате комплексного воздействия высокочастотных сдвиговых колебаний и статического усилия сжатия в области соединения происходил локальный разогрев, и сформировались зоны термомеханического влияния (ЗТМВ) (рисунок 14а).

В зонах, прилегающих к наковальне и сварочному наконечнику, микроструктура близка к микроструктуре исходного листа (рисунок 14а). В ЗТМВ наблюдается бимодальная микроструктура, в которой около 70% объема занимают крупные зерна, с размерами от 30 до 130 мкм. Мелкие зерна, имеющие размеры до 10 мкм, занимают около 10% объема, однако частота их появления превышает 50%. В этих зонах доля малоугловых границ зерен (МУГ) растет при всех режимах сварки (рисунок 14б), что обеспечивает повышение микротвердости HV с 158 до 220 в середине ЗТМВ. Микротекстура в ЗТМВ соединений качественно отличается от микротекстуры прокатанного титана (рисунок 14в). На прямых полюсных фигурах наблюдается несколько острых максимумов, которые соответствуют четырем различным типам текстуры гексагональной плотноупакованной структуры.

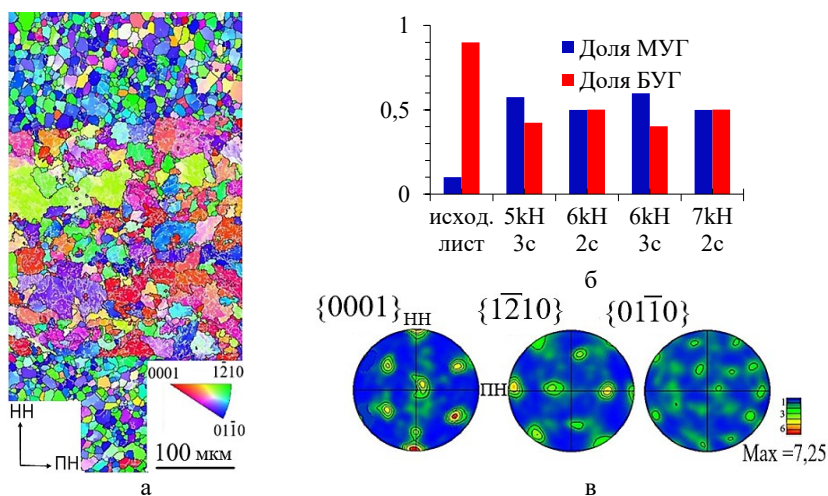


Рисунок 14 - Типичная ориентационная карта (а), соотношение БУГ и МУГ (б) и прямые полюсные фигуры (в) в центральных областях соединений

Спектры разориентировок БУГ в исходном листе и ЗТМВ также существенно отличаются. Если в исходном листе распределение БУГ по углам однородно, то в ЗТМВ в спектрах разориентировок присутствуют острые максимумы в окрестности углов 60° и 90° (рисунок 15). Оси разориентаций границ в окрестностях 60° и 90° образуют кластеры на стереографических треугольниках около полюса  $\langle 1\bar{2}\bar{1}0 \rangle$ , тогда как границы с углами около 10° тяготеют к полюсу  $\langle 0001 \rangle$  (рисунок 16). Наблюдаемые изменения в микроструктуре и микротекстуре ЗТМВ в центральной области соединений характерны для титана, претерпевшего  $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha(\alpha')$ -превращение.

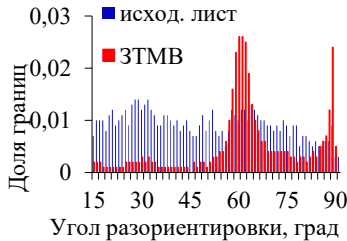


Рисунок 15 - Типичное распределение БУГ в исходном листе и центральной области ЗТМВ

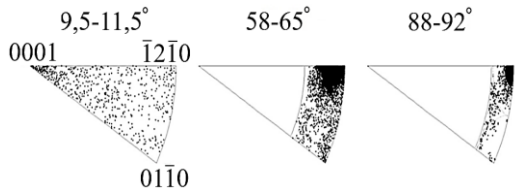
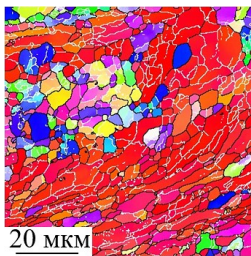
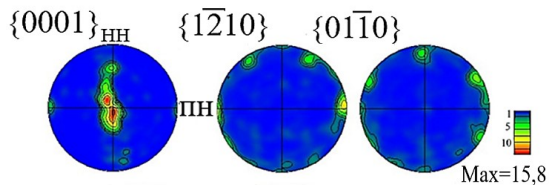


Рисунок 16 - Типичное распределение осей разориентаций некоторых границ зерен в ЗТМВ на стереографическом треугольнике

Микроструктура ЗТМВ в периферийной области сварного соединения состоит в основном из вытянутых зерен, которые образуют изогнутые полосы зерен сдвига. Эти полосы огибают «островки» равноосных произвольно ориентированных зерен (рисунок 17а). Микротекстура в этой области типична для сдвиговой деформации: направление  $\langle 1\bar{2}\bar{1}0 \rangle$  и плоскость  $\{01\bar{1}0\}$  преимущественно совпадают с направлением и плоскостью локального сдвига, соответственно (рисунок 17б). В спектре разориентировок границ зерен доля БУГ составляет 50-55%, пики в окрестностях 60° и 90° отсутствуют.



а



б

Рисунок 17 - Ориентационная карта (а) и прямые полюсные фигуры (б) в периферийной области сварного соединения

Наблюдаемые структурные различия в центральной и периферийной зонах соединения связаны с неоднородностью распределения температуры в плоскости и по глубине сварного соединения.

При всех исследованных режимах сварки структурные изменения в ЗТМВ идентичны. Отличаются размеры этих зон, линейная плотность соединений и величина деформации листов, что, вероятно, оказало основное влияние на прочность полученных соединений.

Результаты испытаний на срез показали, что УЗС позволяет получить соединения с прочностью, сравнимой с прочностью соединений, полученных контактной точечной сваркой (таблица 7). Минимальное и максимальное усилие разрушения достигается при испытании образцов, полученных при  $P=6$  кН в течение 2 и 3 с, соответственно. При двух других режимах сварки усилия разрушения имеют промежуточные значения. При этом тип разрушения «между листами» меняется на «отрыв сварной точки» с увеличением  $P$  и  $t$ . Полученные результаты согласуются со значениями линейной плотности соединений и деформации сжатия.

Таблица 7 - Усилие (Н) и тип разрушения при испытаниях на срез

$P, \text{кН}$ $t, \text{с}$	5	6	7	Контактная точечная сварка
2		1998±122 Между листами	2281±206 Оба типа	2553±36 Отрыв точки
3	2293±350 Оба типа	2506±226 Отрыв точки		

На основе структурных наблюдений была предложена схема эволюции микроструктуры в процессе УЗС. На рисунке 18а схематично показано изменение температуры. В характерные временные и температурные интервалы, указанные на этом графике, происходят следующие структурные изменения:

1 В момент времени  $t_0$ , до начала действия ультразвука, усилие сжатия, приложенное к листам, может привести лишь к незначительной деформации неровностей на контактирующих поверхностях и не вызывает структурных изменений (рисунок 18б).

2 На ранней стадии УЗС ( $t_0 - t_1$ ) после удаления естественной оксидной пленки на поверхностях контакта возникают точки схватывания (рисунок 18в). Вблизи этих точек  $\alpha$ -зерна деформируются, но рекристаллизация не развивается из-за малой накопленной деформации и слабого разогрева ( $T_0 - T_1$ ), недостаточного для заметной миграции  $\alpha/\alpha$  границ.

3 Точки схватывания являются очагами локализации сдвиговой деформации, что приводит к образованию вокруг этих точек искривленных деформационных полос и к формированию острой кристаллографической текстуры (рисунок 18г). Подобная структура наблюдается на периферии соединения и формируется в период ( $t_1 - t_2$ ) в интервале температур ( $T_1 - T_2$ ), где  $T_2$  уже достаточна для миграции  $\alpha/\alpha$  границ, но ниже  $T_{\alpha/\beta}$ .

4 Когда температура в зоне соединения превысит  $T_{\alpha/\beta}$ , произойдет полиморфное  $\alpha \rightarrow \beta$  превращение (рисунок 18д). Высокая скорость диффузии в объемно-центрированной кубической решетке  $\beta$ -титана обеспечивает быструю миграцию  $\beta/\beta$  границ, что вместе с высокоскоростной знакопеременной

деформацией может приводить к искривлению границ  $\beta$ -зерен и образованию новых мелких зерен вблизи границ и тройных стыков. Большая пластичность  $\beta$ -титана по сравнению с  $\alpha$ -титаном способствует залечиванию пор и несплошностей в зоне контакта листов и образованию качественного соединения.

5 После окончания ультразвукового воздействия, в период времени  $\tau > \tau_3$ , температура в зоне соединения быстро падает, и при  $T < T_{\alpha/\beta}$  протекает полиморфное  $\beta \rightarrow \alpha$  превращение. Поскольку  $\beta \rightarrow \alpha$  превращение в титане подчиняется ориентационному соотношению Бюргерса, границы между  $\alpha$ -колониями, растущими в каждом матричном  $\beta$ -зерне, имеют преимущественные разориентировки (близкие к 10, 60 и 90°) (рисунок 18е). При охлаждении в деформированном материале развиваются релаксационные процессы, которые приводят к образованию новых мелких  $\alpha$ -зерен и уменьшению плотности дислокаций. Однако при сравнительно быстром охлаждении дислокационная и субзеренная структура деформированной  $\beta$ -фазы может частично наследоваться  $\alpha$ -фазой. Кроме того, между  $\alpha$ -пластинами в колониях образуются новые МУГ. Это обеспечивает высокую долю МУГ в ЗТМВ.

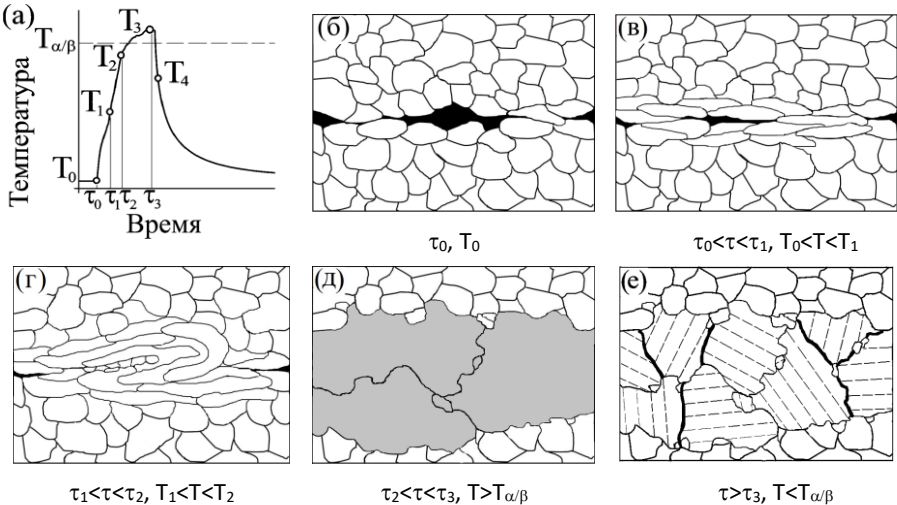


Рисунок 18 - Схематическое изображение изменения температуры (а) и структурных превращений (б-е) при УЗС титана. Сплошными тонкими линиями показаны БУГ со случайной разориентацией, сплошными толстыми — БУГ с разориентациями около 60° и 90°, пунктирными линиями — МУГ в  $\alpha$ -колониях,  $\beta$ -зерна окрашены в серый цвет

## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

1 Методы измерения микротвердости и предела прочности при комнатной температуре не позволили обнаружить влияния ультразвуковой обработки с амплитудами осциллирующих напряжений 20 – 100 МПа в течение 60 с на прочностные свойства сплавов титана, подвергнутых интенсивной пластической деформации. Методами просвечивающей электронной микроскопии значимых различий в дислокационной структуре до и после ультразвуковой обработки не

выявлено. Методом аннигиляции позитронов показано, что в образцах сплава ВТ5, подвергнутых равноканальному угловому прессованию и последующей ультразвуковой обработке с амплитудой напряжений 100 МПа, наблюдается почти трехкратное повышение концентрации вакансионных кластеров и почти двукратное увеличение плотности дислокаций. Такое же повышение плотности дислокаций в этих образцах было зафиксировано методом рентгеноструктурного анализа.

2 Увеличение концентрации вакансионных кластеров и плотности дислокаций в легированной  $\alpha$ -фазе деформированных сплавов титана после ультразвуковой обработки с амплитудой напряжений 100 МПа способствовало формированию в них новых высокоугловых  $\alpha/\alpha$  границ во время прогрева при 600°C. Это привело к снижению напряжения течения, увеличению пластичности и коэффициента скоростной чувствительности  $m$  образцов в ходе испытаний при 600°C, что показано на примере сплава ВТ6, подвергнутого равноканальному угловому прессованию.

3 Результаты молекулярно-динамического моделирования показали, что под действием высокочастотных напряжений растяжения-сжатия границы зерен в деформированном титане, содержащие дисклинации, могут генерировать решеточные дислокации, что приводит к снижению дальнедействующих полей напряжений. Сравнение полученных результатов с данными аналогичных исследований никеля показали, что пороговая амплитуда деформаций, при которой происходит генерация дислокаций неравновесной границей, в бикристаллах титана примерно в шесть раз больше, чем в бикристаллах никеля.

4 Методом ультразвуковой сварки с усилиями сжатия 5-7 кН и длительностью 2-3 с получены твердофазные соединения листов технически чистого титана толщиной 0,5 мм. Показано, что увеличение усилия сжатия до 6 кН и времени сварки до 3 секунд приводит к увеличению линейной плотности соединения, увеличению усилий разрушения сварной точки до величин, сравнимых с усилиями разрушения соединений, полученных контактной точечной сваркой.

5 В результате интенсивного трения, высокоскоростной пластической деформации и нагрева в области соединения листов титана при ультразвуковой сварке образуется зона термомеханического влияния, в которой происходят изменения микроструктуры и микротекстуры. Структурные изменения в центральной области этой зоны указывают на протекание  $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$  превращения. Микроструктура и микротекстура периферийной области зоны термомеханического влияния характерны для титана, подвергнутого интенсивной сдвиговой деформации при повышенных температурах однофазной  $\alpha$ -области.

Полученные результаты указывают на необходимость дальнейшего изучения взаимодействия кристаллических материалов с высокочастотными колебаниями для разработки новых методов обработки металлов и сплавов. Например, интересно исследовать влияние УЗО в более широком диапазоне амплитуд напряжений на структуру и свойства деформированного титана и его сплавов при различных температурах, что требует усовершенствования конструкции колебательной системы. Также представляет интерес более детальное изучение механизмов формирования твердофазных соединений, а также управление их

структурой при УЗС в зависимости от исходной структуры соединяемых заготовок, их толщины, геометрии сварочного наконечника.

**Основное содержание диссертации представлено в следующих научных публикациях в рецензируемых изданиях, рекомендованных ВАК РФ и/или индексируемых в международных базах данных (Scopus, Web of Science):**

- 1 Nazarov, A.A. Bulk Ultrasonic Treatment of Crystalline Materials / A.A. Nazarov, M.A. Murzinova, **A.A. Mukhametgalina**, E.R. Shayakhmetova // Metals. – 2023. – V. 13. - № 2. – Art. 344.
- 2 **Mukhametgalina, A.A.** Microstructure of a titanium sample produced by ultrasonic consolidation / A.A. Mukhametgalina, M.A. Murzinova, A.A. Nazarov // Letters on materials. - 2022. - V. 12. - № 2. - P. 153-157.
- 3 **Mukhametgalina, A.A.** Weld quality and microstructure development in ultrasonically welded titanium joints / A.A. Mukhametgalina, M.A. Murzinova, A.A. Nazarov // Metallurgical and Materials Transactions A. - 2022. - V. 53. - P. 1119–1131.
- 4 **Mukhametgalina, A.A.** Ultrasonic treatment of Ti-5Al-0.5V alloy subjected to equal-channel angular pressing / A.A. Mukhametgalina, M.A. Murzinova, A.A. Nazarov, A.A. Samigullina, M. Janeček, J. Stráský, K. Bartha, J. Čížek // Metals and Materials International. - 2022. - V. 28. - P. 1257–1263.
- 5 Murzaev, R.T. Ultrasonic treatment of ultrafine-grained titanium / R.T. Murzaev, D.V. Bachurin, **A.A. Mukhametgalina**, M.A. Murzinova, A.A. Nazarov // Physics Letters A. - 2020. - V. 384. - № 35. - Art. 126906.
- 6 **Mukhametgalina, A.A.** Microstructure and properties of solid state joints of titanium sheets produced by ultrasonic welding / A.A. Mukhametgalina, M.A. Murzinova, A.A. Nazarov // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. - 2020. - V. 1008. - Art. 012007.
- 7 **Mukhametgalina, A.A.** Ultrasonic welding of metals: instruments, process parameters, and prospects of welding of ultrafine grained materials / A.A. Mukhametgalina, M.A. Murzinova, A.A. Nazarov, N.Yu. Parkhimovich, A.A. Samigullina, E.R. Shayakhmetova, A.P. Zhilyaev // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. - 2020. – V. 1008. - Art. 012004.
- 8 **Mukhametgalina, A.A.** Molecular dynamics simulation of a nonequilibrium grain boundary in titanium under the ultrasonic action / A.A. Mukhametgalina, A.A. Nazarov // Journal of Physics: Conference Series. - 2020. - V. 1431. - Art. 012037.
- 9 **Mukhametgalina, A.A.** The effect of ultrasonic pretreatment on the superplasticity of titanium alloy Ti-6Al-4V processed by ECAP / A.A. Mukhametgalina, M.A. Murzinova, A.A. Nazarov // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. - 2019. - V. 672. - Art. 012046.
- 10 **Mukhametgalina, A.A.** The microstructure and properties of the alloy Ti-5Al-0.5V subjected to ECAP and ultrasonic treatment / A.A. Mukhametgalina, M.A. Murzinova, A.A. Nazarov // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. - 2019. - V. 672. - Art. 012047.
- 11 Samigullina, A.A. Effect of ultrasonic treatment on the characteristics of superplasticity of titanium alloy Ti-6Al-4V / A.A. Samigullina, M.A. Murzinova, **A.A. Mukhametgalina**, A.P. Zhilyaev, A.A. Nazarov // Defect and Diffusion Forum. - 2018. - V. 385. - P. 53-58.