На правах рукописи

Bopos.

БОРОДОВИЦИНА Оксана Михайловна

ЗАКОНОМЕРНОСТИ ИЗМЕНЕНИЯ СТРУКТУРЫ, СОРБЦИОННЫХ СВОЙСТВ И ДЕФОРМАЦИОННОГО ПОВЕДЕНИЯ ТЕХНИЧЕСКОГО ТИТАНА ВТ1-0 В РЕЗУЛЬТАТЕ ЭЛЕКТРОННО-ПУЧКОВОЙ ОБРАБОТКИ

01.04.07 – Физика конденсированного состояния

Автореферат

диссертации на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук

Томск – 2018

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки «Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук» и в Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет»

Научный руководитель:		Панин Алексей Викторович доктор физико-
		математических наук, доцент
Официальные	оппоненты:	Киреева Ирина Васильевна, доктор физико-
		математических наук, Федеральное государственное
		автономное образовательное учреждение высшего
		образования «Национальный исследовательский
		Томский государственный университет».
		Лаборатория физики высокопрочных кристаллов
		Сибирского физико-технического института имени
		академика В.Д. Кузнецова, главный научный
		сотрудник, кафедра физики металлов, профессор
		Клопотов Анатолий Анатольевич, доктор физико-
		математических наук, профессор, федеральное
		государственное бюджетное образовательное
		учреждение высшего профессионального
		образования «Томский государственный
		архитектурно-строительный университет».
		профессор кафелры приклалной механики и
		материаловеления
		······································

Ведущая организация: Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Новосибирский государственный технический университет», г Новосибирск

Защита состоится «25» апреля 2018 года в 16 ч. 30 мин. на заседании диссертационного совета Д 212.269.02 при ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» по адресу: 634050, г. Томск, пр. Ленина 30.

С диссертацией можно ознакомиться в научно-технической библиотеке при ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский политехнический университет», по адресу: 634050, г. Томск, ул. Белинского, 55 и на сайте: http://portal.tpu.ru/council/909/worklist

Автореферат разослан « » 2018 г.

Учёный секретарь диссертационного совета, доктор технических наук, профессор

И М. В. Коровкин

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы. В настоящее время значительный научный и практический интерес вызывает исследование возможности применения электронно-пучковой обработки для модификации структурно-фазового состояния поверхности конструкционных материалов. Одновременное радиационное, тепловое и ударно-механическое воздействие на поверхность металлических образцов, сопровождающиеся сверхвысокими скоростями их и охлаждения, позволяет сформировать в них аморфную, нано- или нагрева субмикрокристаллическую структуру, обеспечивая их высокую твердость, износостойкость, коррозионную стойкость, усталостную прочность, низкий коэффициент трения и т.д.

Особый интерес представляет исследование влияния электронно-пучковой обработки на структуру и фазовый состав титана и его сплавов, которые находят широкое применение в энергетике, химической и электронной промышленности, медицине и др., однако имеют серьезный недостаток, а, именно, высокую склонность К водородному охрупчиванию. Очевидно, ЧТО увеличение протяженности границ зерен в поверхностных слоях титана и его сплавов, подвергнутых электронно-пучковой обработке, а также появление большого дефектов и развитие внутренних напряжений должны оказывать числа существенное влияние на сорбционную способность титана по отношению к водороду. Поэтому необходимо знать, насколько приемлемо использовать обработку электронными пучками для титановых конструкций, работающих в водородосодержащей среде.

Степень разработанности темы исследований. В литературе накоплен обширный материал, посвященный природе структурно-фазовых превращений, протекающих в металлах и сплавах под действием низкоэнергетических сильноточных электронных пучков [1-4]. Показано, что в результате быстрого нагрева и охлаждения в образцах BT1-0 формируется тонкий поверхностный слой, имеющий мартенситную структуру и, соответственно, повышенные физикомеханические характеристики. Тем не менее, в настоящее время не существует единого мнения относительно влияния плотности энергии электронного пучка на морфологию поверхности и микроструктуру образцов ВТ1-0, величину и знак остаточных напряжений и др. Несмотря на многочисленные исследования, подтверждающие положительное влияние электронно-пучковой обработки на механические (прежде всего трибологические) свойства титановых сплавов, в литературе также нет ясности относительного того, какие именно механизмы деформации развиваются в модифицированных поверхностных слоях, и каким образом эти слои влияют на характер деформации и разрушения материала в целом. Наконец, несмотря на глубокое понимание процессов взаимодействия титана с водородом, вопросы, касающиеся влияния электронно-пучковой обработки на сорбционную способность титана по отношению к водороду, остаются слабо изученными.

Цель работы – установить взаимосвязь между микроструктурой образцов технического титана ВТ1-0, подвергнутых электронно-пучковой обработке, их

сорбционной способностью по отношению к водороду и механическим поведением при одноосном растяжении.

Для достижения данной цели были поставлены следующие задачи:

1. Исследовать закономерности изменения микроструктуры технического титана ВТ1-0 в процессе электронно-пучковой обработки с плотностью энергии W=12-24 Дж/см².

2. Изучить взаимодействие водорода с поверхностью технического титана ВТ1-0, обработанной импульсным электронным пучком.

3. Исследовать механизмы пластической деформации поверхностных слоев технического титана, модифицированных в процессе электронно-пучковой обработки и последующего водородного насыщения, и установить их влияние на прочностные свойства образцов ВТ1-0 при одноосном растяжении.

Научная новизна.

1. В работе впервые получены экспериментальные данные о влиянии плотности энергии облучения импульсным электронным пучком на развитие структурно-фазовых превращений в поверхностном слое титана BT1-0. Установлена связь между параметрами электронно-пучковой обработки и величиной микро- и макронапряжений, развивающихся в модифицированном поверхностном слое образцов BT1-0, их микротвердостью и прочностными характеристиками при одноосном растяжении.

2. Впервые выявлены качественные и количественные закономерности BT1-0. взаимодействия поверхностными водорода с титана слоями низкоэнергетическими электронными модифицированными сильноточными пучками. Показано, что предварительная электронно-пучковая обработка кратно увеличивает сорбционную способность титана по отношению к водороду и изменяет состояние растворенного в нем водорода.

Впервые установлены механизмы деформации и разрушения образцов 3. последующему BT1-0, подвергнутых электронно-пучковой обработке И растяжению. Показано, деформация упрочненного одноосному что поверхностного слоя осуществляется за счет дислокационного скольжения в мартенситных пластинах. При этом наличие упрочненного поверхностного слоя деформации подавляет дислокационные механизмы В нижележащих вызывая развитие зернограничного поверхностных зернах, скольжения И распространение мезоскопических полос сдвига.

4. Впервые продемонстрированы закономерности деформационного поведения образцов ВТ1-0, подвергнутых предварительной электронно-пучковой обработке и водородному насыщению, в процессе одноосного растяжения. Показано, что наличие в модифицированном поверхностном слое ВТ1-0 мелкодисперсных гидридов титана сферической формы обеспечивает увеличение предела прочности технического титана при сохранении пластичности.

Научная значимость. Полученные результаты позволяют расширить знания о механизмах структурообразования в процессе обработки конструкционных материалов низкоэнергетическими сильноточными электронными пучками. Установленные закономерности влияния модифицированных поверхностных слоев, имеющих мартенситную структуру, на деформационное поведение образцов BT1-0 при одноосном растяжении являются убедительным подтверждением определяющей роли структурного состояния поверхности в зарождении всех видов деформационных дефектов в нагруженном твердом теле.

Практическая значимость работы заключается в установлении закономерностей изменения морфологии поверхности, внутренней структуры и механических свойств технического титана ВТ1-0 в зависимости от параметров электронно-пучковой обработки, а также в убедительном доказательстве увеличения его сорбционной способности по отношению к водороду. Указанные данные обретают актуальность в задачах промышленного внедрения электроннопучковых методов поверхностного упрочнения конструкционных материалов.

Методология и методы исследования. Основными методами исследования в диссертационной работе являются: испытания на одноосное растяжение, измерение микротвердости, наноиндентирование, атомно-силовая микроскопия (ACM), сканирующая (РЭМ) и просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ), рентгеноструктурный анализ (РСА), оптическая микроскопия, оптическая профилометрия, метод термостимулированного газовыделения, метод дифракции обратно рассеянных электронов.

На защиту выносятся следующие научные положения:

1. В результате быстрого нагрева и охлаждения в тонком поверхностном слое образцов ВТ1-0, подвергнутых электронно-пучковой обработке, формируется многослойная структура, состоящая из зерен нанометрового диапазона, нижележащих субмикронных зерен и крупных зерен с пластинчатой α-фазой. С увеличением плотности энергии электронного пучка от 12 до 24 Дж/см² возрастают как размеры зерен и мартенситных кристаллов, так и толщина модифицированного поверхностного слоя.

2. Обработка электронным пучком с плотностью энергии $W = 12-24 \text{ Дж/см}^2$ приводит к уменьшению содержания водорода в образцах технического титана BT1-0, однако существенно увеличивает его растворимость при последующем насыщении водородом из газовой фазы, а также глубину наводороженного слоя. Последнее обусловлено увеличением протяженности границ зерен, а также возникновением больших растягивающих напряжений.

3. Мартенситная структура поверхностного слоя образцов титана BT1-0, сформированная в процессе электронно-пучковой обработки, затрудняет дислокационные механизмы деформации в поверхностных зернах, вызывая развитие зернограничного скольжения и распространение в них мезоскопических полос сдвига.

4. Мелкодисперсные частицы гидридной фазы, образующиеся в процессе насыщения водородом образцов ВТ1-0, подвергнутых предварительной электронно-пучковой обработке, являются распределенными концентраторами напряжений, предотвращающими локализацию деформации и снижение их пластичности при одноосном растяжении.

Достоверность полученных обеспечивается работе результатов В корректностью постановки решаемых задач и их физической обоснованностью, большим использованием современных методов И методик исследования, экспериментальных статистической обработкой, объемом данных И ИХ

сопоставлением установленных в работе закономерностей с фактами, полученными другими исследователями.

Личный вклад автора соискателя состоит в проведении экспериментов, обработке полученных результатов и сопоставлении их с литературными данными, в совместном с научным руководителем Паниным А.В. обсуждении и формулировке задач диссертационной работы, обсуждении и формулировке основных научных положений и выводов, написании статей и тезисов докладов по теме диссертации.

Работа выполнена в рамках программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 гг. и проекта РНФ № 14-19-00766.

Апробация работы. Материалы диссертации были представлены на Международной научно-практической конференции студентов и молодых учёных «Современные техника и технологии» (г. Томск, 2007-2013), Международной конференции студентов и молодых ученых "Перспективы развития фундаментальных наук" (г. Томск, 2007-2011), Международной конференции по физической мезомеханике, компьютерному конструированию и разработке новых материалов (г. Томск, 2008, 2009, 2011), Международном симпозиуме «Порядок, беспорядок и свойства оксидов» (г. Ростов-на-Дону, п. Лоо, 2012), Международной научной конференции «Актуальные проблемы прочности» (r.Yda, 2012), 3rd International Congress on Radiation Physics and Chemistry of Condensed Matter, High Current Electronics and Modification of Materials with Plasma Particle Beams and Flows (г. Томск, 2012), Международном междисциплинарном симпозиуме «Среды co структурным и магнитным (Multiferroics-4) (г. Ростов на-Дону, упорядочением» Г. Туапсе, 2013), Международной конференции «Иерархически организованные системы живой и неживой природы» (г. Томск, 2013), 12th China-Russia Symposium on Advanced Materials and Technologies "Advanced metals, ceramics and composites" (China, 2013), 41st IEEE International Conference on Plasma Science and the 20th International High-Power Particle Beams (Washington DC, Conference on 2014). Всероссийской конференции «Взаимодействие высококонцентрированных потоков энергии с материалами в перспективных технологиях и медицине» (г. Новосибирск, 2015), Международной конференции «Перспективные материалы с иерархической структурой для новых технологий и надежных конструкций» (г. Томск, 2015, 2016).

Публикации. По результатам диссертации опубликовано 19 научных работ, из них 6 статей в рецензируемых научных журналах, 13 публикаций в сборниках материалов научных конференций различного уровня.

Структура и объем диссертационной работы. Текст диссертации состоит из введения, пяти разделов, выводов и списка литературы, который включает 152 наименований. Всего 140 страниц, в том числе 37 рисунков и 6 таблиц.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность темы, сформулированы цель и задачи исследования, представлены основные научные положения, выносимые на защиту, обоснованы научная новизна и практическая ценность работы.

В первой главе проанализированы результаты работ по влиянию обработки электронным пучком на структуру и свойства металлов. Проведенный анализ литературных данных дает основание утверждать, что обработка поверхности импульсным электронным пучком при определенных условиях повышает коррозионную стойкость и износостойкость конструкционных материалов, уменьшает их коэффициента трения. При этом в результате модификации поверхности электронным пучком увеличиваются количество дефектов, длина границ зерен и внутренние остаточные напряжения. Последнее может оказать влияние на процессы взаимодействия водорода с титановыми сплавами.

Представлены известные литературные данные по взаимодействию водорода с металлами, при этом особое внимание уделено титановым сплавам. Описаны факторы, оказывающие влияние водорода на процесс наводороживания металлов (качество поверхности, легирующие элементы, дефекты, внутренние напряжения и т.д.), а, следовательно, на их физические и механические свойства. На основе проведенного литературного обзора сформулированы основные задачи исследования.

Во второй главе представлены режимы обработки электронным пучком и наводороживания образцов технического титана ВТ1-0, описано использованное экспериментальное оборудование. Облучение электронным пучком проводили на электронно-пучковой установке «SOLO» (ИСЭ СО РАН) тремя импульсами с длительностью 50 мкс. Плотность энергии пучка была равной W= 12, 18 и 24 Дж/см², частота следования импульсов составляла 0,3 с⁻¹. Облучение проводили в атмосфере инертного газа аргона при остаточном давлении 0,02 Па. Насыщение водородом проводили в установке Сивертса Gas Reaction Controller при температуре 600°С в течение 2, 5, 10, 15, 30 минут и при давлении 0,6 атм.

В третьей главе рассмотрены особенности структурно-фазовых превращений и изменений физико-механических свойств титанового сплава ВТ1-0 в процессе облучения импульсными электронными пучками.

Для расчета температурных полей, развивающихся в поверхностных слоях BT1-0 в процессе электронно-пучковой обработки, решалось уравнение теплопроводности, учитывающее потери энергии на плавление и существование кнудсеновского слоя (тонкого слоя испаряющегося газа, расположенного в непосредственной близости от расплавленного поверхностного слоя и находящегося в неравновесном состоянии) [5]:

$$\frac{\partial E_T(x,t)}{\partial t} - V_F(t) \frac{\partial E_T(x,t)}{\partial x} = \lambda \frac{\partial^2 T(x,t)}{\partial x^2} + W(x,t), \qquad (1)$$

где x – пространственная координата, которая отсчитывается от облучаемой поверхности вглубь образца, t – время, λ – коэффициент теплопроводности, E_T – внутренняя энергия вещества мишени, T – температура, W – удельная мощность энерговыделения, математическое представление которой изложено в работе, V_F – скорость фронта испарения.

Температура вещества мишени Т рассчитывалась согласно выражениям:

$$T(x,t) = \begin{cases} \frac{E_T(x,t)}{c\rho}, & E_T(x,t) < T_m \cdot c \cdot \rho; \\ T_m + \frac{E_T(x,t) - T_m \cdot c \cdot \rho - q_m \cdot \rho}{c\rho}, & E_T(x,t) > T_m \cdot c \cdot \rho + q_m \cdot \rho; \\ T_m, & T_m \cdot c \cdot \rho \le E_T(x,t) \le T_m \cdot c \cdot \rho + q_m \cdot \rho. \end{cases}$$
(3)

где $T_{\rm m}$, $q_{\rm m}$ – температура и теплота плавления материала мишени соответственно.

Начальные и граничные условия определялись из следующих соображений. В начальный момент времени температура задавалась равной *T*₀:

$$T(x,0) = T_0$$
. (4)

На границе раздела пар-расплавленный слой (*x*=0) поток тепла определялся согласно модели двухфазного испарения [5]:

$$-\lambda \frac{\partial T(x,t)}{\partial x} = V_F(t) \cdot \rho \cdot L(T).$$
(5)

Здесь: $V_F = \frac{\overline{u} \cdot \overline{\rho}}{\overline{\rho} - \rho}$, $L(T) = L_0 + \frac{R}{\mu} \left[\frac{5}{2} \overline{T} - 3T \right]$, $\overline{T} = 0.65T_0$, $\overline{\rho} = 0.31\hat{\rho}$, $\hat{\rho} = m \cdot \left[\frac{mk\theta_0^2}{2\pi\eta^2 T_0} \right]^{\frac{3}{2}} \exp\left(-\frac{\lambda_1}{kT_0} - 1 \right)$, $\overline{u} = \left(\frac{5k\overline{T}}{3m} \right)^{\frac{1}{2}}$,

где ρ - плотность материала мишени, L(T) – теплота фазового перехода, ρ , \overline{T} – плотность и температура пара в кнудсеновском слое, \overline{u} – массовая скорость паров на границе раздела фаз, L_0 – теплота сублимации вещества мишени при нулевой температуре, R – универсальная газовая постоянная, μ - молярная масса вещества мишени, $\hat{\rho}$ – плотность насыщенных паров, θ_0 – дебаевская температура, k – постоянная Больцмана, λ_1 – энергия связи кристаллической решетки, $\eta = 2\pi h$ – постоянная Планка, m – масса атома мишени.

Численное решение уравнения (1) методом конечных разностей показало, что в результате электронно-пучковой обработки с плотностью энергии 12, 18 и 24 Дж/см² поверхностный слой титана ВТ1-0 нагревается до температур, существенно превышающих температуру его плавления (рис. 1). Толщина расплавленного поверхностного слоя составляет 9,6, 15,8 и 17,1 мкм соответственно, что хорошо согласуется с экспериментальными данными (рис. 2).



Рис. 1. Временные профили температуры вещества на поверхности образца ВТ1-0 (1) и на глубине 5 (2), 10 (3) и 15 мкм (4), полученные для W=12 (а) и 24 Дж/см² (б)

После окончания импульса облучения, когда температура закристаллизовавшегося поверхностного слоя оказывается ниже 882°С, вновь образованные зерна β -Ті испытывают полиморфное превращение. Поскольку скорость охлаждения поверхностного слоя по-прежнему остается достаточно высокой (1·10⁷ K/c), и кристаллическая решетка в зернах β -фазы оказывается существенно искажена, то в процессе охлаждения зерна испытывают $\beta \rightarrow \alpha'$ превращение по бездиффузионному мартенситному механизму с образованием пластинчатой α' фазы (рис. 3). С увеличением плотности энергии электронного пучка возрастают как длина, так и высота частей мартенситных кристаллов, выступающих над поверхностью облученных образцов.



Рис. 2. Оптические изображения микроструктуры поперечных шлифов образцов ВТ1-0 после обработки электронным пучком с W= 12 (a), 18(б) и 24 Дж/см² (в)



Рис. 3. АСМ-изображения поверхности образцов ВТ1-0, подвергнутых обработке электронным пучком с W= 12 (а), 18 (б) и 24 Дж/см² (в)

Существенное уменьшение степени переохлаждения расплава непосредственно вблизи поверхности образца ВТ1-0 приводит к формированию равноосных зерен субмикронного диапазона, размеры которых также зависят от плотности электронного пучка и варьируются в пределах от 250 до 700 нм (рис. 4, а, б, г). Одновременно на поверхности зерен выявляется более мелкие кристаллиты с размером 50-100 нм (рис. 4, в), что также может быть связано с концентрационным переохлаждением.



Рис. 4. АСМ-изображения поверхности образцов ВТ1-0, подвергнутых обработке электронным пучком с W= 12 (a), 18 (б, в) и 24 Дж/см² (г)

Электронно-микроскопические исследования, проведенные на разной глубине от поверхности образцов ВТ1-0, подтвердили наличие многослойной структуры. Непосредственно на поверхности образцов формируется слой, состоящий из зерен α-Ті размером до 300 нм (рис. 5, а). Данные зерна состоят из субзерен с размером 30-50 нм (рис. 5 б). Необходимо также отметить наличие большого количества экстинкционных контуров вблизи малоугловых границ субзерен, обусловленных высокими внутренними напряжениями. На глубине 1÷2 мкм наблюдаются крупные (больше 10 мкм) зерна α-Ті, имеющие пластинчатую морфологию (рис. 5, в). Поперечные размеры пластин варьируются в пределах от 200 до 500 нм.



Рис. 5. Темнопольные ПЭМ - изображения структуры поверхностного слоя образцов ВТ1-0, подвергнутого обработке электронным пучком с W= 18 Дж/см². ПЭМ – изображения получены в рефлексах [100] (а. б) и [101] α-фазы (в)

Согласно результатам рентгеноструктурного анализа, в модифицированном поверхностном слое имеют место уменьшение размеров областей когерентного рассеяния, а также увеличение упругой микродеформации кристаллической решетки в поверхностном слое образцов ВТ1-0 по сравнению с их исходным состоянием (таблица 1). Последнее свидетельствует о развитии внутренних 150-200 напряжений II-рода, которые достигают МПа. Кроме того в модифицированном поверхностном слое имеет место развитие растягивающих 1.6 ГПа макронапряжений, величина которых достигает И постепенно уменьшается с ростом плотности энергии электронного пучка

Таблица 1. Размеры ОКР, микродеформация кристаллической решетки (ε), микро-(σ) и макронапряжения ($\sigma_1 + \sigma_2$) образцов ВТ1-0, находящихся в исходном отожженном состоянии и подвергнутых обработке электронным пучком с разной плотностью энергии

Параметры твердого	Исходное	Состояние	после	обработки
раствора	состояние	электронны	м пучком	с разной
		энергией пучка, Дж/см ²		
		12	18	24
размеры ОКР, нм	>200	40-70	110	>200
ε	0,0003	0,0014	0,0020	0,0013
<i>σ</i> , МПа	33	154	220	143
$\sigma_1 + \sigma_2$, $\Gamma \Pi a$	0	1,6	1,2	1,0

В четвертой главе приведены результаты исследований влияния электронно-пучковой обработки на сорбционную способность образцов титана ВТ1-0 по отношению к водороду.

Методом термогазовыделения установлено, что облучение электронным количества пучком приводит к снижению водорода В предварительно (Таблица 2). отожженных образцах BT1-0 Однако при последующем наводороживании ИЗ газовой фазы. независимо ОТ плотности энергии электронного пучка, наблюдается существенное увеличение их сорбционной способности по отношению к водороду по сравнению с рекристаллизованным состоянием. Последнее связано как с формированием мартенситной структуры, обеспечивающей увеличение протяженности границ зерен, так и с развитием растягивающих макронапряжений в модифицированном поверхностном слое. Необходимо отметить, что в Таблице 2 не представлены результаты измерения концентрации водорода при длительности наводороживания 15 и 30 минут вследствие того, что диапазон измерений содержания водорода в анализаторе RHEN 602 ограничен 10000 ppm.

Таблица 2. Концентрация водорода в образцах ВТ1-0, подвергнутых обработке электронным пучком с различной плотностью энергии и последующему наводораживанию при температуре 600 °С и давлении 0,6 атм

Длительность	Концентрация водорода, ppm			
водородной	До пучковой	После пучковой обработки		
обработки, мин	обработки	12 Дж/см ²	18 Дж/см ²	24 Дж/см ²
0	20	13	9	7
2	400	980	870	970
5	880	2140	2360	2580
10	2600	6850	6800	6830

Металлографические исследования и рентгеноструктурный анализ показали, что при наводораживании рекристаллизованных образцов BT1-0 в течение 5 и 10 минут водород преимущественно накапливается в их поверхностном слое, формируя твердый раствор водорода в α -Ti, а также наночастицы δ -гидридов, выделяющиеся на дислокациях (рис. 6, а, б, рис. 7, а). Однако когда длительность насыщения водородом превышает 15 минут, образование гидридов имеет место во всем объеме наводороженных образцов BT1-0 (рис. 6, в).

В случае предварительного облучения образцов ВТ1-0 электронным пучком с $W = 18 \text{ Дж/см}^2$ и последующего наводороживания в течение 5 минут толщина наводороженного слоя оказывается в 2 раза больше по сравнению с рекристаллизованными образцами (рис. 6 г). При этом доля гидридной фазы, оцененная по данным рентгеноструктурного анализа, достигает 5%. На ПЭМ-изображениях наблюдается большое количество частиц гидрида титана со средним размером 20–50 нм (рис. 7, б, в), имеющих строчечное расположение в фазе α -Ті вдоль определенных направлений, по форме напоминающих границы линзовидных пластин мартенсита в зернах α -Ті. При наводораживании в течение

10 минут и более имеет место формирование пластин гидрида титана во всем объеме исследованных образцов (рис. 6, е).



Рис. 6. Микроструктура боковой поверхности образцов ВТ1-0, находящихся в исходном рекристаллизованном состоянии (а-в) или обработанных электронным пучком с W = 18 Дж/см² (г-е), и подвергнутых последующему наводораживанию в течение 5 (а, г), 10 (б, д) и 15 минут (в, е)



Рис. 7. Темнопольные (а, в)— и светлопольное (б) ПЭМ–изображения структуры образцов ВТ1-0, находящихся в исходном рекристаллизованном состоянии (а) или обработанных электронным пучком с W = 18 Дж/см² (б, в), и подвергнутых последующему наводораживанию в течение 5 минут. Темнопольные изображения получены в рефлексе [$\bar{3}20$], принадлежащем плоскости обратной решетки (001) α -фазы (а), и в рефлексе [$00\bar{2}$], принадлежащем плоскости обратной решетки (110) δ -фазы (в)

В пятой главе изучено влияние электронно-пучковой обработки с плотностью энергии электронного пучка W = 18 Дж/см² и наводороживания на закономерности деформации и разрушения образцов ВТ1-0 при одноосном растяжении.

АСМ-исследования поверхности образцов ВТ1-0, подвергнутых электроннопучковой обработке и последующему одноосному растяжению, наглядно продемонстрировали дислокационные механизмы пластической деформации упрочненного поверхностного слоя, имеющего мартенситную структуру. Расстояние между полосами скольжения не превышает 10 нм, и их ориентация в соседних пластинах α -фазы оказывается различной (рис. 8). При этом дислокационное скольжение в поверхностных зернах оказывается подавлено. Так, в объемных зернах образца BT1-0, относительное удлинение которого составляет 5%, развиваются грубые полосы скольжения, размеры которых определяются кристаллографической ориентацией отдельных зерен (рис. 9, а). В то же время размеры полос скольжения в поверхностных зернах, в которых имели место плавление и кристаллизация, оказываются существенно меньше. Несмотря на то, что последние практически не различаются на оптических изображениях (рис. 9, б), их удается наглядно выявить методом атомно-силовой микроскопии (рис. 9, в). Преимущественным местом зарождения полос скольжения в поверхностных зернах материала».



Рис. 8. АСМ-изображение поверхности образца технического титана ВТ1-0, подвергнутого обработке электронным пучком с W=18 Дж/см² и последующему одноосному растяжению, $\varepsilon = 15\%$



Рис. 9. Оптические (a, б) и ACM - изображения (в) боковой грани образца BT1-0, подвергнутого обработке электронным пучком с W = 18 Дж/см² и последующему одноосному растяжению; $\varepsilon = 5$ (a) и 15% (б, в)

Подавление внутризеренного скольжения в поверхностных слоях образцов ВТ1-0, подвергнутых предварительной электронно-пучковой обработке, приводит к тому, что поверхностные зерна начинают сдвигаться друг относительно друга вдоль их общих границ (рис. 9, б). Наряду с этим, в отдельных поверхностных зернах с самого начала нагружения развиваются некристаллографические механизмы деформации - полосы сдвига, ориентированные под углом 45 к оси растяжения (рис. 10). Как видно из рис. 10, в, полосы сдвига состоят из набора более мелких полос. Однако вплоть до разрушения образца ВТ1-0 данные полосы не распространяются вглубь материала, то есть остаются локализованными внутри одного зерна.



Рис. 10. Оптические изображения боковой грани образца ВТ1-0, подвергнутого обработке электронным пучком W = 18 Дж/см² и последующему одноосному растяжению; $\varepsilon = 5$ (a), 7 (б) и 25% (в, г)

Фрактографический анализ поверхности разрушения образцов BT1-0, находящихся в рекристаллизованном состоянии, показал, что характер излома типично чашечный, образующийся в результате зарождения, роста и слияния микропор (рис. 11. a). В свою очередь, поверхность разрушения модифицированного поверхностного слоя, имеющего мартенситную структуру, характеризуется наличием фасеток транскристаллитного скола (рис. 11, б). Кроме того, имеет место квазихрупкое разрушение поверхностных зерен, в которых распространялись некристаллографические полосы сдвига. В объеме материала сохраняется ямочный рельеф, свидетельствующий о вязком характере его разрушения.



Рис. 11. РЭМ-изображения поверхности излома деформированных до разрушения рекристаллизованных (а) образцов ВТ1-0 и подвергнутых облучению электронным пучком с плотностью энергии W = 18 Дж/см² (б)

Как было показано в главе 4, при наводораживании рекристаллизованных образцов ВТ1-0 в течение 5 минут водород преимущественно накапливается вблизи их поверхности. Закрепление подвижных дислокаций атомами водорода, а также образование твердого раствора обусловливают формирование поперечных трещин в поверхностном слое с самого начала нагружения образцов BT1-0 (рис. 12, а). Расстояние между поперечными трещинами составляет 25-40 мкм. Наряду с этим, в области шейки в наводороженном поверхностном слое развиваются трещины, ориентированные под углом 45° к оси растяжения (рис. 12, б). Данные трещины вызваны действием сдвиговых напряжений, обусловленных суперпозицией растягивающих напряжений в направлении приложенной нагрузки напряжений, И сжимающих ориентированных перпендикулярно оси нагружения. Появление сжимающих напряжений связано с тем, что в процессе растяжения образца ВТ1-0 наводороженный поверхностный слой испытывает хрупкое разрушение, в то время, как объем материала, свободный от водорода, деформируется пластически и интенсивно сужается.



Рис. 12. Оптические изображения поверхности деформированных до разрушения образцов ВТ1-0, наводороженных в течение 5 минут (а), либо подвергнутых предварительной электронно-пучковой обработке с $W = 18 \text{ Дж/см}^2$ и последующему наводороживанию в течение 5 минут (б)

В случае предварительной обработки электронным пучком и последующего наводороживания в течение 5 минут на поверхности образцов BT1-0 наблюдаются лишь короткие поперечные трещины (длина трещин составляет 30 мкм), расстояние между которыми не превышает 1 мкм (рис. 12, б). Данные гидрида титана, трещины зарождаются на частицах которые являются распределенными концентраторами напряжений, предотвращающими локализацию деформации и снижение пластичности нагруженных образцов при одноосном растяжении. При увеличении длительности наводороживания до 15 минут и более, когда выделение гидридов наблюдается во всем объеме образцов BT1-0, происходит их хрупкое разрушение без пластической деформации и, соответственно, без образования шейки, независимо от предварительной электронно-пучковой обработки.

Формирование мартенситной структуры в процессе электронно-пучковой обработки не только приводит к увеличению твердости поверхностного слоя (Таблица 3), но и затрудняет зарождение первичных сдвигов в нагруженных образцах ВТ1-0, а, следовательно, обусловливает повышение их пределов текучести прочности при одноосном растяжении (рис. 13). При И наводороживании рекристаллизованных образцов ВТ1-0 в течение 5 минут, толщина и твердость поверхностного слоя, содержащего твердый раствор водорода и наночастицы гидридов титана, оказываются гораздо больше, что приводит к более существенному повышению их пределов прочности (от 320 до 370 MΠa). Однако вследствие растрескивания наводороженного слоя пластичность образцов ВТ1-0 уменьшается от 47 до 12%.

В случае предварительной обработки электронным пучком и последующего наводороживания в течение 5 минут прочность образцов ВТ1-0 увеличивается еще сильнее ($\sigma_B = 420$ МПа), при этом пластичность материала сохраняется на том же уровне (рис. 13). Последнее обусловлено формированием мелкодисперсных гидридов титана и связанных с ними коротких и частых трещин, которые оказываются локализованы в поверхностном слое, но не распространяются в объем материала. При наводороживании в течение 30 минут

независимо от предварительной обработки электронным пучком имеет место максимальное увеличение прочности образцов ВТ1-0 и их нулевая пластичность, вследствие образования пластинчатых гидридов титана во всем объеме материала.

Таблица 3. Значения микротвердости (H_µ) поверхностного слоя образцов ВТ1-0 до и после обработки электронным пучком (W=18 Дж/см²) и последующего наводораживания. Измерения проведены при нагрузке 50 г.

Длительность	Н _μ , МПа		
наводораживания,	Рекристаллизованное	Предварительная обработка	
МИН	состояние	электронным пучком	
0	1890	2700	
5	2360	3070	
10	2830	3600	
15	4170	4200	



Рис. 13. Кривые "напряжение - деформация" образцов ВТ1-0 до (1, 3, 5) и после обработки электронным пучком с W=18 Дж/см² (2, 4, 6) и последующего наводороживания в течение 5 (3, 4) и 30 минут (5, 6)

Основные выводы

1. Облучение образцов ВТ1-0 тремя электронными импульсами с плотностью энергии в пучке $W=12-24 \text{ Дж/см}^2$ и длительностью импульсов 50 мкс приводит к формированию в их поверхностном слое многослойной структуры, состоящей из зерен нанометрового диапазона, нижележащих субмикронных зерен и крупных зерен с пластинчатой α -фазой. С увеличением плотности энергии электронного пучка от 12 до 24 Дж/см² возрастают толщина модифицированного слоя, а также размеры поверхностных зерен и мартенситных пластин в приповерхностных зернах, образующихся в результате $\beta \rightarrow \alpha'$ превращения по бездиффузионному мартенситному механизму.

2. Облучение электронными пучками приводит к двукратному уменьшению концентрации водорода В рекристаллизованных образцах BT1-0. При последующем насыщении водородом из газовой фазы в течение 5-10 минут при температуре 600°C И давлении 0,6 атм образцы ВТ1-0, подвергнутые предварительной электронно-пучковой обработке, характеризуются более сравнению с высоким содержанием водорода по рекристаллизованными образцами, наводороженными в аналогичных условиях.

3. Предварительная электронно-пучковая обработка оказывает влияние на состояние водорода в титане ВТ1-0 при его наводороживании. При насыщении

водородом в течение 5 минут в поверхностном слое рекристаллизованных образцов ВТ1-0 происходит образование твердого раствора водорода в α-Ті и наночастиц δ-гидридов. В случае предварительной обработки электронным пучком вдоль границ пластинчатой α-фазы выделяются сферические частицы гидрида титана. При наводороживании в течение 15 минут и более, независимо от предварительной электронно-пучковой обработки, во всем объеме образцов ВТ1-0 формируются пластины δ-гидридов.

4. Наличие модифицированного слоя, твердость которого на 30% превышает твердость исходного материала, затрудняет развитие дислокационных механизмов деформации в поверхностных зернах образцов ВТ1-0, подвергнутых электронно-пучковой обработке и последующему одноосному растяжению, и инициирует механизмы зернограничного скольжения, а также приводит к распространению в поверхностных зернах некристаллографических полос сдвига. Последнее обусловливает хрупкое разрушение упрочненного поверхностного слоя образцов ВТ1-0.

5. Формирование твердого раствора водорода в поверхностных слоях рекристаллизованных образцов ВТ1-0, подвергнутых водородному насыщению в течение 5 и 10 минут, обусловливает повышение их прочности при одноосном растяжении и снижение их пластичности. В случае предварительной обработки электронным пучком повышение прочностных характеристик технического титана оказывается более существенным. При этом снижения их пластичности не происходит вследствие наличия в поверхностных слоях образцов ВТ1-0 мелкодисперсных частиц гидридной фазы, которые являются распределенными концентраторами напряжений, предотвращающими локализацию деформации.

Список цитируемой литературы:

1. Бойко В.И. Модификация металлических материалов импульсными мощными пучками частиц/ В.И. Бойко, А.Н. Валяев, А.Д. Погребняк // УФН. 1999. – Т. 169. – № 11. – С. 1243-1271.

2. Погребняк А.Д. Структурно-фазовые превращения в поверхностных слоях и свойства металлических материалов после импульсного воздействия пучков частиц/ А.Д. Погребняк, О.П. Кульментьева // ФИП. 2003. Т. 1. № 2. С. 108-136.

3. Грибков В.А. Перспективные радиационно-пучковые технологии обработки материалов/ Грибков В.А., Григорьев Ф.И., Калин Б.А., Якушин В.П. – М.: Круглый год, 2001. – 528 с.

4. Иванов Ю.Ф., Карпий С.В., Морозов М.М., Коваль Н.Н., Будовских Е.А., Громов В.Е. Структура, фазовый состав и свойства титана после электровзрывного легирования и электронно-пучковой обработки/ Иванов Ю.Ф., Карпий С.В., Морозов М.М., Коваль Н.Н., Будовских Е.А., Громов В.Е. – Новокузнецк: НПК, 2010. – 173 с.

5. Krivobokov V. Erosion yield of metal surface under ion pulsed irradiation/ V. Krivobokov, O. Stepanova, A. Yuryeva // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, 2013. – 315. – P. 261-264

Основные публикации по теме диссертации

В журналах, входящих в перечень рецензируемых научных журналов и изданий, рекомендованных ВАК РФ:

1. Бородовицина О.М. (Кретова О.М.) Changes in the structure and mechanical properties of commercially pure titanium under the influence of electron-beam processing/ О.М. Kretova, A.V. Panin, M.S. Kazachenok et al // Известия высших учебных заведений. Физика. 2012. – Т.55. – № 12-2. – С. 173-175.

2. Бородовицина О.М. (Кретова О.М.) Влияние наводороживания на зеренную структуру и параметры твердого раствора технического титана, подвергнутого предварительной электронно-пучковой обработке/ О.Б. Перевалова, А.В. Панин, О.М. Кретова, А.Д. Тересов // Известия РАН. Серия физическая. 2014. – Т. 78. – №8. – С. 933-936.

3. Бородовицина О.М. (Кретова О.М.) Изменение структуры поверхностных слоев технического титана ВТ1-0 в процессе обработки низкоэнергетическими сильноточными электронными пучками/ А.В. Панин, М.С. Казаченок, О.М. Бородовицина, О.Б. Перевалова, О.М. Степанова, Ю.Ф. Иванов // ФММ. 2016. – Т. 117. – № 6. – С. 571-582.

В журналах, включенных в библиографическую базу данных цитирования Scopus и Web of Science:

1. Borodovitsina O.M. (Kretova O.M.) The effect of electron beam treatment on hydrogen sorption ability of commercially pure titanium/ Alexey V. Panin, Marina S. Kazachenok, Oksana M. Kretova et al. // Applied Surface Science. 2013. – V. 284. – $N_{\rm D}1. - P.$ 750-756.

2. Borodovitsina O.M. (Kretova O.M.) Surface Modification of Structural Materials by Low-Energy High-Current Pulsed Electron Beam Treatment/ Panin A.V., Kazachenok M.S., Borodovitsina O.M. et al // AIP Conf. Proc. 2014. – №1623. – P. 467-470.

3. Borodovitsina O.M. (Kretova O.M.) Thermal effect of low-energy high-current pulsed electron beam on titanium alloy structure/ O.M. Stepanova, A.V. Panin, M.S. Kazachenok, O.M. Borodovitsina // ICOPS/BEAMS 2014 - 41st IEEE International Conference on Plasma Science and the 20th International Conference on High-Power Particle Beams 41. 2015. – C. 7012752.