


ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ НАУКИ  
ИНСТИТУТ ПРОБЛЕМ СВЕРХПЛАСТИЧНОСТИ МЕТАЛЛОВ  
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

На правах рукописи



**Мухаметгалина Айгуль Ахтамовна**

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

Специальность 1.3.8. – Физика конденсированного состояния

Диссертация на соискание ученой степени  
кандидата физико-математических наук

Научный руководитель:

доктор физико-математических наук

Назаров Айрат Ахметович

Научный консультант:

кандидат технических наук, доцент

Мурзинова Мария Александровна

Уфа - 2023

## Оглавление

ВВЕДЕНИЕ.....	5
ГЛАВА 1. ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ .....	11
1.1 Ультразвуковая обработка металлов .....	11
1.1.1 Влияние ультразвуковых колебаний на дефектную структуру материалов.....	12
1.1.2 Влияние ультразвука на механические свойства металлов .....	19
1.1.3 Влияние ультразвука на термическую стабильность и свойства деформированных металлов и сплавов .....	25
1.2 Моделирование процессов ультразвуковой обработки .....	28
1.3 Микроструктура и свойства ультрамелкозернистых материалов, подвергнутых интенсивной пластической деформации.....	32
1.3.1 Структура ультрамелкозернистых материалов, полученных методами интенсивной пластической деформации .....	32
1.3.2 Механические свойства металлов, полученных методами интенсивной пластической деформации .....	34
1.4 Ультразвуковая сварка металлов: принцип, механизмы, структурные изменения, свойства соединений .....	37
1.4.1 Принцип действия ультразвуковой сварки .....	39
1.4.2 Механизм формирования соединения при ультразвуковой сварке .....	41
1.4.3 Структурные изменения в процессе ультразвуковой сварки .....	43
1.4.4 Прочность соединений, полученных ультразвуковой сваркой.....	48
1.5 Выводы по обзору литературы и постановка цели и задач работы.....	49
ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЙ .....	52
2.1 Материалы исследований .....	52
2.2 Методы объемной ультразвуковой обработки .....	52
2.3 Метод ультразвуковой сварки.....	55
2.4 Методы микроструктурного анализа.....	56
2.4.1 Подготовка образцов .....	56
2.4.2 Металлографические исследования.....	56

2.4.3 Растровая электронная микроскопия .....	56
2.4.4 Просвечивающая электронная микроскопия .....	57
2.4.5 Рентгеноструктурный анализ.....	57
2.4.6 Метод аннигиляции позитронов.....	57
2.4.7 Количественный анализ микроструктуры.....	58
2.5 Измерение микротвердости.....	59
2.6 Механические испытания .....	60
2.6.1 Испытания на растяжение.....	60
2.6.2 Испытания сварных соединений .....	60
2.7 Измерение температуры при ультразвуковой сварке .....	60
2.8 Компьютерное моделирование .....	61
<b>ГЛАВА 3. ВЛИЯНИЕ УЛЬТРАЗВУКОВОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ И</b>	
<b>ПРОЧНОСТНЫЕ СВОЙСТВА ТИТАНА И ЕГО СПЛАВОВ .....</b>	<b>62</b>
3.1 Влияние ультразвуковой обработки на дефектную структуру и прочность титановых сплавов при комнатной температуре.....	62
3.1.1 Микроструктура и прочностные свойства сплава ВТ1-0, подвергнутого кручению под высоким давлением и ультразвуковой обработке .....	62
3.1.2 Влияние ультразвуковой обработки на структуру и прочностные свойства при комнатной температуре сплава ВТ6, подвергнутого равноканальному угловому прессованию .....	64
3.2 Влияние ультразвуковой обработки на структуру и свойства титановых сплавов при нагреве до 600°C.....	67
3.2.1 Влияние ультразвуковой обработки на структуру и свойства при испытаниях на растяжение при температуре 600°C сплава ВТ6, подвергнутого равноканальному угловому прессованию .....	67
3.2.2 Влияние ультразвуковой обработки на прочность и структуру сплава ВТ5, подвергнутого равноканальному угловому прессованию .....	73
3.3 Выводы по главе .....	79
<b>ГЛАВА 4. КОМПЬЮТЕРНОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ВОЗДЕЙСТВИЯ ОСЦИЛЛИРУЮЩИХ</b>	
<b>НАПРЯЖЕНИЙ НА НЕРАВНОВЕСНУЮ ГРАНИЦУ ЗЕРЕН В БИКРИСТАЛЛЕ ТИТАНА .</b>	<b>81</b>

4.1 Построение модели .....	81
4.2 Результаты моделирования.....	84
4.2 Выводы по главе .....	87
ГЛАВА 5. МИКРОСТРУКТУРА И ПРОЧНОСТЬ СОЕДИНЕНИЙ ЛИСТОВ ТИТАНА, ПОЛУЧЕННЫХ УЛЬТРАЗВУКОВОЙ СВАРКОЙ.....	88
5.1 Макроструктура соединений.....	88
5.2 Микроструктура и микротекстура соединений.....	90
5.2.1 Микроструктура в исходном состоянии.....	90
5.2.2 Центральная область соединений .....	91
5.2.3 Периферийная область соединений .....	95
5.3 Измерение температуры .....	97
5.4 Прочность на срез и типы разрушения соединений.....	99
5.5 Схема эволюции микроструктуры в процессе ультразвуковой сварки .....	100
5.6 Выводы по главе .....	103
ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ .....	105
СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ.....	107
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	108

## ВВЕДЕНИЕ

**Актуальность работы.** Разработка энергосберегающих, экологически чистых, наукоемких технологий производства и обработки материалов является приоритетным направлением развития науки и техники [1]. Одной из таких технологий является ультразвуковая обработка металлов и сплавов.

В настоящее время широко используются технологии производства и обработки металлических материалов на основе ультразвукового воздействия. В зависимости от параметров ультразвукового воздействия и используемого материала можно получить его определенные структурные состояния и свойства. Например, использование ультразвука при кристаллизации расплавов приводит к более однородной и мелкозернистой структуре литых металлов и сплавов [2-4]. Методы упрочнения кристаллических материалов путем поверхностной обработки ультразвуком широко известны и подробно изучены [5-8]. С помощью ультразвука также можно ускорить некоторые процессы в металле, например, фазовые превращения [9-11].

Известно, что в кристаллических материалах ультразвуковые волны вызывают генерацию и/или перераспределение дислокаций и вакансий [12-17], которые могут 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 объемной УЗО возрос в связи с необходимостью снятия внутренних напряжений в заготовках, полученных методами холодной и теплой пластической деформации, в том числе интенсивной пластической деформации (ИПД). Формирование ультрамелкозернистого (УМЗ) и наноструктурного состояния в металлах и сплавах этими методами приводит к повышению их прочности, твердости, износостойкости при комнатной температуре [18-20]. В то же время для них характерно снижение пластичности из-за большой запасенной упругой энергии, которая в значительной степени связана с неравновесными границами зерен. Измельчение зерен может улучшать технологические свойства сплавов, например, позволяет снизить температуру и/или увеличить скорость деформации в условиях сверхпластичности [18, 21, 22]. Однако при этом обычно существенно возрастают напряжения течения [23-25], и возможно огрубление структуры (укрупнение зерен).

В работах [26, 27] показано, что предварительная УЗО с определенными амплитудами приводит к увеличению пластичности ультрамелкозернистого никеля при комнатной температуре без снижения прочности, при этом влияние амплитуды колебаний на механические свойства имеет немонотонный характер.

В работах [28-30] после УЗО наноструктурированных сплавов циркония и титана наблюдали снижение уровня внутренних напряжений без заметного изменения размера зерен. Однако эксперименты на ползучесть при комнатной температуре и при температурах около  $0,33 \times T_{пл}$  показали, что свойства материалов менялись противоположным образом: прочность титана повышалась, а сплавов циркония – снижалась. Авторы считают, что различие в свойствах разных материалов связано с разницей в значениях энергии дефекта упаковки, которая влияет на процессы возврата и рекристаллизации.

Таким образом, УЗО можно рассматривать как метод управления механическими свойствами деформированных материалов при нормальной и повышенной температурах.

Другим активно изучаемым в настоящее время направлением применения ультразвука в обработке металлов является ультразвуковая сварка (УЗС). В отличие от объемной УЗО, где материал подвергается воздействию осциллирующих напряжений растяжения-сжатия в объеме материала, при ультразвуковой сварке интенсивные колебания создают знакопеременные сдвиговые перемещения и деформации в соединяемых листах. УЗС как метод получения твердофазных соединений металлов и сплавов широко применяется в электротехнической, автомобильной, приборостроительной и медицинской промышленности для получения соединений между тонкими пластинами, лентами, фольгами, проволоками [31]. Также показана перспективность использования УЗС для ремонта поврежденных деталей и производства объемных конструкций путем послойной ультразвуковой консолидации [32-34]. 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 [35-38]. Ввиду высокоинтенсивного воздействия на материалы, УЗС вызывает существенные изменения в их микроструктуре, которые в конечном счете определяют механические свойства соединений.

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 и прочность соединений является важным для создания физических основ разработки технологий получения материалов с определенными свойствами.

На сегодняшний день множество вопросов о механизмах воздействия высокочастотных колебаний на структуру кристаллических материалов, а также зависимости свойств этих материалов от различных параметров объемной ультразвуковой обработки остаются открытыми. К тому же большинство исследований в этом направлении рассматривало свойства УМЗ материалов при комнатной температуре, а влияние предварительной УЗО на микроструктуру и механические свойства при повышенных температурах практически не изучалось.

Несмотря на значительное количество исследований, принципы выбора режимов УЗС и механизмы формирования соединений между металлами и сплавами также остаются дискуссионными [39]. Поэтому для соединения различных материалов оптимальные режимы УЗС устанавливаются экспериментально исходя из возможностей имеющейся сварочной системы. Кроме того, на данный момент наиболее изучены соединения мягких металлов и сплавов, таких как алюминий и медь, так как их легче сварить [34, 40-54], а количество исследований структуры и свойств соединений более прочных металлов, в частности, титана и его сплавов, полученных УЗС, крайне ограничено [55-57]. Влияние объемной УЗО на структуру и свойства титана на сегодняшний день также не изучено. Между тем титан и его сплавы являются распространенным конструкционным материалом в аэрокосмической, машиностроительной, медицинской и других областях промышленности, поэтому данные о возможностях УЗО и УЗС титана имеют научное и практическое значение.

Целью настоящей работы является выявление закономерностей влияния высокочастотных колебаний различной интенсивности на изменения структуры и механические свойства деформированных сплавов титана при ультразвуковой обработке и сварке.

С этой целью были исследованы:

- влияние амплитуды напряжений ультразвука на дефектную структуру и прочность при 20°C сплавов титана ВТ1-0, ВТ5 и ВТ6, подвергнутых интенсивной пластической деформации;
- структурные изменения в деформированных сплавах титана ВТ5 и ВТ6 после объемной ультразвуковой обработки и выдержки при 600°C, а также изменение механических свойств сплава ВТ6 в ходе испытаний на растяжение при той же температуре;
- возможность релаксации неравновесной структуры границ зерен на примере бикристаллов титана под влиянием внешних осциллирующих напряжений путем моделирования методом молекулярной динамики;
- влияние режимов ультразвуковой сварки на качество соединений листов технически чистого титана;
- структурные изменения в зоне твердофазного соединения листов технически чистого титана, происходящие в результате ультразвуковой сварки.

**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.

**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).

**На защиту выносятся следующие положения:**

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.

**Достоверность результатов** экспериментальных исследований обусловлена использованием современных независимых и взаимодополняющих методов структурного анализа (просвечивающей электронной микроскопии, рентгеноструктурного анализа, аннигиляции позитронов, растровой электронной микроскопии, в том числе метода дифракции обратно рассеянных электронов), 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.

**Апробация работы.** Основные результаты работы докладывались на следующих научных 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-я Межвузовская молодежная школа-конференция «Кайбышевские чтения», 25 апреля, 2018 г., г. Уфа; 20-я международная конференция

«Актуальные проблемы прочности», 14-18 мая, 2018 г., Витебск, Беларусь; Шестой 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 года, 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.

**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.

**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) Янечком 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.

**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.

**Благодарности.** Автор выражает благодарность научному руководителю д.ф.-м.н. Назарову А.А., научному консультанту к.т.н. Мурзиновой М.А., а также к.ф.-м.н. Самигуллиной А.А., к.ф.-м.н. Мурзаеву Р.Т. за плодотворное сотрудничество и обсуждение результатов.

## ГЛАВА 1. ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ

### 1.1 Ультразвуковая обработка металлов

В настоящее время в различных областях промышленности существует потребность в улучшении эксплуатационных свойств металлических материалов и интенсификации процессов их производства и обработки. Одним из эффективных способов физического воздействия на структуру и свойства материалов является ультразвуковая обработка. В зависимости от параметров УЗО и используемого материала можно получить его определенные структурные состояния и, следовательно, свойства, поэтому УЗО нашла широкое применение в технологических процессах производства и обработки металлов и сплавов. Например, ультразвук применяется в производстве отливок из различных металлов и сплавов с целью контролируемого влияния на макро- и микроструктуру. Показано, что воздействие ультразвука на кристаллизующийся расплав приводит к более однородной и мелкозернистой структуре [2-4]. Также ультразвуковое воздействие на металлы в жидкой фазе способствует интенсификации некоторых процессов, таких как дегазация [58] или фазовые превращения [10, 59]. Широкое применение получили методы упрочнения кристаллических материалов путем поверхностной обработки ультразвуком. Данные методы обеспечивают существенное изменение дислокационной структуры, измельчение зерен до субмикро- и нанометровых размеров в поверхностных слоях, что приводит к увеличению прочностных характеристик материалов [5-8].

С помощью ультразвуковых колебаний можно оказывать воздействие на структуру и свойства в объеме металлических материалов в твердой фазе. Показано, что высокочастотные колебания вызывают перераспределение дислокаций и вакансий и/или их генерацию вакансий [12-17]. Поэтому наложение ультразвука в процессе деформации сопровождается снижением напряжений течения и повышением пластичности металлов и сплавов, как при комнатной температуре [60, 61], так и при повышенной [62-64]. Это явление получило название акустопластического эффекта.

Влияние предварительной объемной УЗО на свойства материалов менее однозначно. В работах, выполненных на монокристаллах (металлических и ионных), а также поликристаллических металлах и сплавах, в зависимости от параметров обработки и исходного состояния материала, наблюдалось как снижение микротвердости и прочности [65-70], так и повышение [65, 71-74]. Еще более сложным и противоречивым оказалось влияние УЗО на структуру и свойства металлов, подвергнутых интенсивной пластической деформации [26, 28-30, 70, 75]. Отметим, что такие исследования активно проводятся в последние годы, в связи с возрастающим интересом к наноструктурированным полуфабрикатам с особыми механическими и физическими свойствами. Объемную УЗО в этом случае рассматривают как альтернативу

отжигу, так как она может снизить уровень внутренних напряжений, воздействуя на дефектную структуру материалов, и не вызывает значительного роста зерен. При этом в ряде случаев наблюдали рост пластичности при сохранении высокой прочности таких материалов и повышение термостабильности УМЗ и наноструктуры, полученной ИПД [76]. 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.

Наблюдаемые после УЗО структурные изменения весьма многообразны и рассмотрены в следующем разделе.

### *1.1.1 Влияние ультразвуковых колебаний на дефектную структуру материалов*

Ультразвуковая обработка вызывает изменения в исходной дислокационной структуре металлов. Исследования тонкой структуры металлов, в основном с гранцентрированной кубической (ГЦК) решеткой, подвергнутых воздействию ультразвуковых колебаний, были впервые проведены Б. Лангенекером с сотрудниками с помощью микроскопа [77-79]. В этих работах было показано, что плотность дислокаций в отожженном алюминии в результате воздействия ультразвука может увеличиваться на 1-2 порядка. Рост плотности дислокаций после УЗО наблюдался и другими авторами в алюминии [80, 81], молибдене [13, 82, 83], железе и стали [84, 85], никеле [73, 86] и др. Однако в большинстве случаев, это увеличение было 2-х – 5-кратным. В работах [13, 87] отмечено, что характерной особенностью дислокационной структуры материала, облученного ультразвуком, является наличие высокой плотности дислокационных петель, особенно у границ зерен и в границах ячеек. Автор работы [64] предположил, что преимущественными источниками дислокаций под действием ультразвука являются границы зерен. Образование большого числа дислокационных петель под действием ультразвука также наблюдали в других материалах [64, 81, 88]. Предполагается, что они образовались в результате конденсации вакансий или при захлопывании дислокационных сегментов при возвратно-поступательном движении и многократном пересечении дислокаций. К числу наиболее часто встречающихся элементов дислокационной структуры также относятся диполи и их скопления [71, 87, 88].

В ранних исследованиях изменение в дислокационной структуре, а именно, зависимость плотности дислокаций от времени воздействия, амплитуды колебаний, температуры и т.д., определяли металлографическим методом, в частности методом “ямок травления”. Значительное количество исследований было проведено на ионных кристаллах и монокристаллах цинка Н. А. Тяпуниной с соавторами [14, 15, 71, 89]. Для осуществления ультразвукового воздействия на кристаллы авторы использовали метод, который они назвали методом составного

пьезоэлектрического осциллятора. Фактически осциллятор представлял собой полуволновой образец, приклеенный к концентратору колебательной системы. Метод позволял проводить исследования влияния УЗО с амплитудами деформации от  $10^{-7}$  до  $10^{-3}$ , измерения температуры при УЗО, внутреннего трения, упругих свойств и т.д.

Показано, что максимум плотности дислокаций располагается в пучности амплитуд напряжений в стоячей ультразвуковой волне (рисунок 1.1). Зависимость плотности дислокаций от амплитуды напряжений можно определить путем сравнения распределения напряжений и плотности дислокаций по длине одного образца. Было показано, что зависимость плотности дислокаций от амплитуды напряжений нелинейна. Четко выделяются начальная стадия, стадия резкого роста плотности дислокаций (почти на два порядка) и стадия насыщения (рисунок 1.2а) [71].

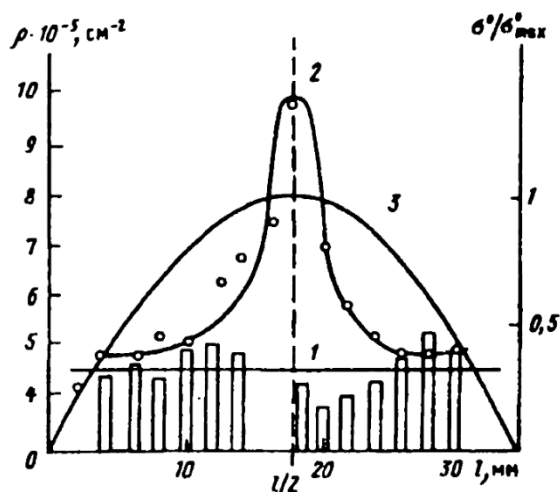


Рисунок 1.1 – Распределение амплитуды напряжений  $\sigma^0$  и плотности дислокаций  $\rho$  по длине образца Zn: 1 и 2 -  $\rho$  соответственно в исходном состоянии и после УЗО, 3 -  $\sigma^0$  [71]

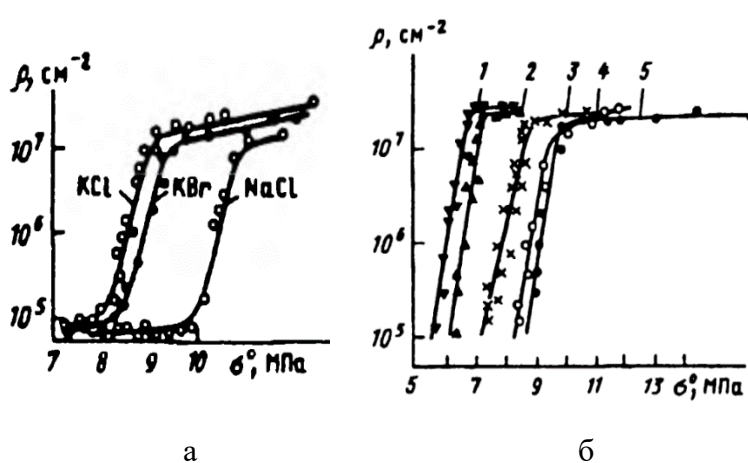


Рисунок 1.2 - Зависимость плотности дислокаций  $\rho$  от амплитуды напряжений  $\sigma^0$  для кристаллов KBr, KCl, NaCl, деформированных на частоте 93 кГц (а), и для кристаллов KBr, деформированных при разных частотах (б). Кривые 1-5 соответствуют частотам 27, 47, 66, 93, 193 кГц [71]

В работе [73] исследовали изменение структуры и микротвердости вдоль полуволновых образцов отожженного никеля, припаянных к ультразвуковому концентратору. УЗО проводили при амплитудах напряжений в середине образцов до 130 МПа с водяным охлаждением и без охлаждения. В первом случае повышение температуры при облучении не превышало 20-40°C, максимум микротвердости наблюдался в середине образца, а зависимость упрочнения от амплитуды напряжений, аналогично зависимости плотности дислокаций в [71], имела

начальную стадию, стадию резкого роста и стадию насыщения. При УЗО без охлаждения температура в середине образца повышалась примерно до 600-800°C. Упрочнение в центре оказалось значительно ниже, чем в местах, расположенных ближе к торцам образца. Это объясняется тем, что одновременно с размножением дефектов при разогреве в процессе УЗО протекали процессы возврата.

С ростом частоты колебаний увеличиваются амплитуды напряжений, при которых начинается размножение дислокаций (рисунок 1.26) [71]. Уменьшается относительный размер зоны деформации. Результат воздействия ультразвука при одинаковых амплитудах оказывается меньшим, несмотря на то, что при увеличении частоты возрастает плотность упругой энергии колебаний, увеличивается число циклов, а, следовательно, и энергия, вводимая в образец за равные промежутки времени. В работе [87] после  $2 \times 10^6$  циклов знакопеременного нагружения никеля с частотой 50 Гц и 20 кГц сформировавшаяся дислокационная структура практически не отличалась. Как при обычной, так и ультразвуковой частотах наблюдалась высокая плотность дислокаций (до  $10^{15} \text{ м}^{-2}$ ), большое количество дислокационных петель и диполей.

С увеличением времени воздействия ультразвука плотность дислокаций растет и в какой-то момент выходит на стадию насыщения. [64, 71]. По-видимому, выход на стадию насыщения зависимости плотности дислокаций от времени вызван торможением действия источника дислокаций напряжениями от ранее испущенных дислокаций. Также авторы не исключают процесс аннигиляции дислокаций противоположного знака, которые генерируются источниками, расположенными в параллельных атомных плоскостях [64]. В [80] при ультразвуковой обработке алюминия и сплава Al-4%Cu по мере увеличения длительности озвучивания в условиях самопроизвольного разогрева плотность дислокаций по сравнению с исходной возрастала в 5-8 раз, достигала максимума за 15-20 минут обработки, а затем снижалась. Момент падения плотности дислокаций авторы связывали с формированием субграниц и границ ячеек, определение плотности дислокаций в которых затруднено, в связи с чем полученные данные отражали не общую плотность дислокаций, а лишь ту, что характеризовала состояние внутри субзерен. Формирование ячеистой структуры и полигонизация в результате перераспределения дислокаций в ультразвуковом поле было отмечено также в работах [12, 13, 74, 81, 90]. В [12] было показано, что после ультразвукового воздействия с амплитудами напряжений 0,3 и 0,4 МПа в кристаллах цинка наблюдаются два типа упорядоченной дислокационной структуры, соответственно: однослойные дислокационные стенки и границы ячеек. В работе [91] показано, что воздействие ультразвука малой амплитуды на медный образец, находящийся под действием статической нагрузки, вызывает образование ячеистой структуры за счет значительного увеличения плотности подвижных дислокаций. Однако дальнейшее увеличение амплитуды ультразвука приводит к нарушению ячеистой

структуры и появлению на месте отдельных ячеек областей с равномерным распределением дислокаций.

Согласно [71, 89] в реальных условиях следует учитывать, кроме знакопеременных, еще и стартовое напряжение, а также внутренние напряжения, неоднородные по пространству. Последние могут зависеть от времени, так как взаимное расположение дефектов изменяется под действием ультразвука. Одновременное действие знакопеременных колебаний и постоянного напряжения может приводить к поступательному движению дислокаций и к их перераспределению. Длина пробега дислокаций зависит как от амплитуды, так и от времени действия УЗО.

Размножение дислокаций в поликристаллических металлах в процессе ультразвукового воздействия происходит при напряжениях, меньших, чем при статическом нагружении. Когда приложение статического напряжения не вызывает зарождения дислокаций, они все же могут генерироваться при том же напряжении, но приложенном в противоположном направлении, при этом некоторые дислокации могут легче отрываться в областях с большими локальными напряжениями, например, около границ зерен [64].

С увеличением амплитуды осциллирующих напряжений время выхода плотности дислокаций на стадию насыщения уменьшается. Например, в хлористом натрии при ультразвуковой обработке с амплитудой напряжений 8,5 МПа для достижения стадии насыщения требовалось более часа, а при увеличении амплитуды до 27 МПа стадия насыщения плотности дислокаций достигалась уже после пятнадцати минут ультразвуковой обработки [71].

При ультразвуковой обработке по сравнению со статической деформацией более значительную роль играет поперечное скольжение и переползание дислокаций. В [64] отмечено, что колебательное движение дислокаций в своих плоскостях скольжения при ультразвуковом воздействии приводит к образованию шлейфа из точечных дефектов и дислокационных диполей и петель, которые остаются при огибании препятствий по механизму Орована. Этот шлейф становится барьером для движения дислокаций в их плоскостях скольжения и активирует поперечное скольжение.

Понижение температуры, при которой происходит ультразвуковая обработка, приводит к значительному увеличению времени насыщения. В [80] при ультразвуковой обработке алюминия и сплава Al-4% Cu при температуре  $-30^{\circ}\text{C}$  наблюдался непрерывный рост плотности дислокаций в течение 40 минут, тогда как при повышенных температурах (до  $280^{\circ}\text{C}$ ) максимум плотности дислокаций был достигнут уже за 15-20 минут. В [92] показано, что приращение электросопротивления в никеле, которое является следствием генерации дислокаций и точечных дефектов, при ультразвуковом воздействии в области низких температур растет

неограниченно, тогда как при комнатной температуре и амплитудах напряжений 120-140 МПа выходит на стадию насыщения. Авторы полагают, что при низких температурах процессы возврата заторможены, а для насыщения требуются большие амплитуды. В работе [87] после ультразвукового деформирования никеля при температуре 300 К наблюдались широкие зоны с большим количеством дислокационных петель и коротких диполей без преимущественного расположения в объеме кристалла. А деформирование при 77 К приводит к появлению узких дислокационных сплетений, вытянутых в направлении  $[110]$  в плоскости (100) и в направлении  $[112]$  в плоскости (111). Отмечено, что изменение дислокационной структуры при понижении температуры знакопеременного деформирования может быть следствием затруднения поперечного скольжения и снижения подвижности точечных дефектов в объеме кристаллов.

В процессе воздействия ультразвука при сравнительно высокой температуре ( $\sim 750^\circ\text{C}$ ) в железе усиливается взаимное смещение зерен, наблюдается уширение полос скольжения и увеличение расстояния между ними, а при  $800-1000^\circ\text{C}$  следы скольжения сильно размываются и практически не наблюдаются [84]. При высоких температурах деформация кристалла сопровождается неконсервативным движением дислокаций, которое приводит к генерации вакансий. Об увеличении концентрации вакансий в результате ультразвукового воздействия свидетельствует уширение следов скольжения в процессе статической деформации. Аналогичное уширение следов скольжения в процессе статического нагружения наблюдалось после облучения и закалки и объяснялось высокой концентрацией точечных дефектов, которые активируют процесс деформации [64]. Исследования по определению изменения объема никеля в процессе нагрева показали, что концентрация вакансий после ультразвукового облучения и закалки примерно одинакова, но выше по сравнению с никелем, подвергавшимся однонаправленной статической деформации [86]. В работах [15, 89] показано, что избыточная концентрация точечных дефектов в обработанных ультразвуком щелочно-галоидных кристаллах увеличивается с амплитудой напряжения, зависимость имеет нелинейный характер, и при определенных амплитудах выходит на стадию насыщения. Концентрация точечных дефектов в области насыщения при ультразвуковой деформации в два-три раза превышает соответствующие значения для деформации при статическом нагружении. Из двух возможных механизмов формирования точечных дефектов в процессе УЗО, связанных с движением винтовых дислокаций и аннигиляцией дислокационных диполей, наиболее вероятным авторы считают последний. Под действием ультразвука ступенька на винтовой дислокации является источником вакансий для одного полупериода и стоком для другого, поэтому эффективность этого механизма невелика и резко падает с увеличением плотности дислокаций. Кроме того, точечные дефекты сосредоточены преимущественно в полосах скольжения, образованных краевыми дислокациями.



При определенных условиях ультразвуковые колебания приводят к разрушению материалов [73, 93]. В работе [73] показано, что при температуре окружающей среды разрушение образцов никеля под действием ультразвука с высокой амплитудой происходит в основном по границам зерен, хотя имеется некоторая доля внутризеренного разрушения. При высоких температурах разрушение приобретает полностью межкристаллитный характер и наблюдаются цепочки межкристаллитных пор. Авторы пришли к выводу, что эти поры образовались за счет стока неравновесных вакансий, образующихся под действием ультразвука. Зарождение микротрещин в результате увеличения концентрации вакансий и их коагуляции в процессе ультразвукового облучения молибдена при высоких температурах отмечали и в работе [13].

Ультразвук может не только способствовать генерации дефектов, но и при определенных амплитудах оказывать релаксирующее воздействие на структуру металла, если он предварительно деформирован.

В [64] на примере алюминия, деформированного холодной прокаткой на 5%, было показано, что УЗО с амплитудой напряжений 16 МПа с увеличением времени воздействия приводит к монотонному снижению плотности дислокаций до значений в отожженном материале (рисунок 1.3).

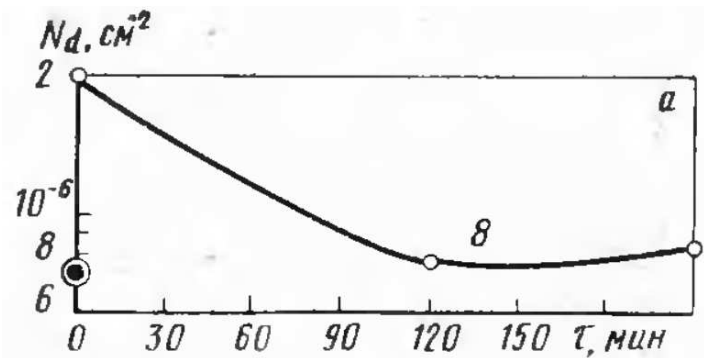


Рисунок 1.3 - Изменение плотности дислокаций  $N_d$  в деформированном алюминии в зависимости от времени воздействия ультразвука [64]

В работе [65] релаксационное воздействие ультразвука на неравновесную дефектную структуру прокатанного гафния со степенями обжатия от 35 до 70% связывали с локальным течением в местах концентрации напряжений, активизацией переползания дислокаций, их скольжения, облегчённого в результате низкой сдвиговой устойчивости и достаточно высокой манёвренностью дислокаций. Перераспределение дислокаций и формирование более равномерной структуры обеспечивали снижение прочностных свойств и пластификацию гафния.

Ультразвуковые колебания ускоряют процессы релаксации упругих напряжений в предварительно деформированных вольфрамовых и молибденовых проволоках [63]. В работе [94] показано, что одновременное воздействие ультразвука при отпуске стали ускоряет снятие остаточных напряжений в четыре раза. В работах [95, 96] утверждается, что деформация с приложением ультразвука приводит к частичному снятию напряжений в железе и стали. Авторы работы [97] также показали возможность применения ультразвуковой обработки с целью снятия остаточных упругих напряжений в сталях, эффективность которой не уступала термической обработке.

В последнее десятилетие, в связи с широким применением методов интенсивной пластической деформации для изготовления полуфабрикатов с УМЗ структурой, перед УЗО открываются новые перспективы: ее рассматривают как альтернативный способ снятия внутренних напряжений в таких материалах.

В работах [98, 99], соавтором которых является автор данной диссертации, исследовали влияние УЗО в широком диапазоне амплитуд от 15 до 90 МПа на микроструктуру никеля после кручения под высоким давлением (КВД). Было показано, что изменение значений среднеквадратической микродеформации, полученных методом рентгеноструктурного анализа (РСА), и плотности дислокаций, рассчитанных по данным EBSD-анализа (EBSD - electron backscatter diffraction), с увеличением амплитуды напряжений носит немонотонный характер. При относительно низких амплитудах (до 30 МПа) УЗО приводит к небольшому увеличению внутренних напряжений и плотности дислокаций, что связано с зарождением и накоплением дислокаций в зернах. При амплитуде 60 МПа происходит заметное снижение указанных характеристик по сравнению с исходным состоянием, а также наблюдается увеличение доли большеугловых границ зерен (БУГ). Это объясняется активизацией процессов прохождения дислокаций через границы зерен и их перестройки, что приводит к увеличению взаимной разориентации зерен, к наибольшей экранировке полей напряжений дислокаций и релаксации напряжений. При дальнейшем увеличении амплитуды ультразвуковых напряжений до 90 МПа процессы генерации и накопления дислокаций преобладают над процессами их аннигиляции и перестройки, и эффект релаксации снижается.

Релаксирующее воздействие ультразвука также было отмечено в никеле, подвергнутом РКУП [27, 70, 100]. Исследования методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) показали, что после УЗО внутри зерен снижается плотность дефектов, а границы зерен становятся более тонкими и ровными, то есть структура становится более равновесной. Эффект релаксации зависит от амплитуды напряжений и максимален при некотором оптимальном ее значении, что подтверждают данные рентгеноструктурного и EBSD-анализа.

Изменения в тонкой структуре металлических материалов под действием высокочастотных ультразвуковых напряжений оказывают влияние на их прочностные свойства, это влияние рассматривается в следующем разделе.

### 1.1.2 Влияние ультразвука на механические свойства металлов

Приложение осциллирующих напряжений в зависимости от амплитуды и исходного состояния материала (отожженный или предварительно упрочненный) может вызвать упрочнение или разупрочнение. Разупрочнение металлов сопровождается релаксацией внутренних напряжений при температурах, при которых степень термически активируемого возврата незначительна.

В работе [64] исследовались образцы поликристаллической меди в отожженном состоянии и после воздействия ультразвука. В меди, подвергнутой ультразвуковому воздействию, наблюдалось увеличение пределов прочности и текучести, а также уменьшение скорости деформационного упрочнения при степенях деформации 2-20% (рисунок 1.4). С увеличением длительности обработки при амплитудах напряжений выше некоторых пороговых значений происходит монотонный рост предела текучести до стадии насыщения (рисунок 1.5). При этом увеличение прочности сопровождается уменьшением относительного сужения и относительного удлинения. Величина порогового значения амплитуды напряжений составила около половины предела текучести меди.

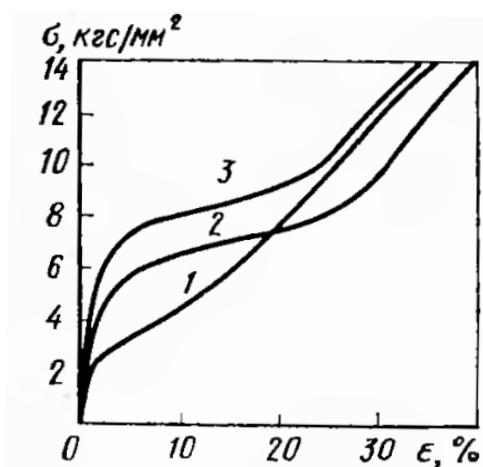


Рисунок 1.4 – Диаграмма растяжения меди: 1 – в отожженном состоянии; 2 и 3 – после УЗО с амплитудами напряжений 30 и 47 МПа, соответственно [64]

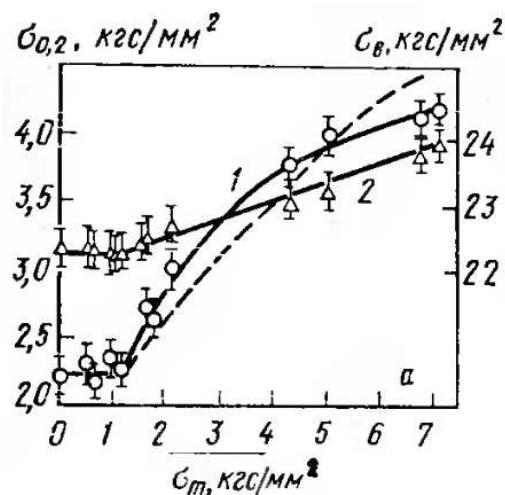


Рисунок 1.5 - Зависимость предела текучести (кривая 1) и предела прочности (кривая 2) от амплитуды ультразвуковых напряжений. Время воздействия 60 с [64]

Механизм упрочнения металлов при циклическом нагружении, как утверждается в [64], близок к механизму упрочнения от облучения или закалки вследствие значительного образования точечных дефектов и отличается от упрочнения при пластической деформации. Автором работы [64] был рассмотрен возврат твердости при изотермическом отжиге в образцах меди, упрочненных ультразвуком и пластической деформацией. При фиксированной температуре отжига в образцах, подвергнутых ультразвуковому воздействию, упрочнение снималось значительно быстрее, чем в образцах после пластической деформации. Около 60% общего прироста упрочнения после знакопеременных деформаций снимается в сравнительно низкотемпературном интервале 293-323 К, при 323-373 К снимается ~25% прироста твердости. Автор [64] полагает, что часть упрочнения (около 60%) обусловлена образованием точечных дефектов, как при облучении, а другая часть упрочнения связана с повышением плотности дислокаций, как и при знакопостоянной пластической деформации. Механизм упрочнения, обусловленного наличием точечных дефектов, может быть основан на том, что вакансии и вакансионные скопления представляют собой препятствия для дислокаций, которые затрудняют начало их движения (но не процесс движения), что обуславливает упрочнение металла. При растяжении образца, подвергнутого УЗО, дислокация, распространяющаяся от источника по плоскости скольжения, поглощает точечные дефекты, очищая часть пути, и переползает в другую плоскость скольжения. Для каждой последующей дислокации, выпущенной источником, очищенный путь возрастает, в результате наступает такая стадия, когда петли дислокаций распространяются без сопротивления. Такой процесс после превышения предела текучести приводит к уменьшению скорости деформационного упрочнения.

В работах [101, 102] показано, что предварительная УЗО монокристаллов меди при малых амплитудах (меньше 4 мкм) уменьшает критическое скалывающее напряжение, приводит к уменьшению предела текучести. Колебания с большими амплитудами увеличивают критическое скалывающее напряжение при растяжении монокристаллов меди, приводят к увеличению предела текучести и протяженности стадии легкого скольжения. Авторы [101, 102] увеличение предела текучести так же, как и в работе [64], связывали с точечными дефектами, возникшими при озвучивании, которые дают новые точки закрепления дислокаций и увеличивают критическое напряжение начала работы источников дислокаций. При достижении критического напряжения блокировка источников дислокаций снимается и происходит коллективное движение дислокаций. Малые амплитуды колебаний приводят лишь к смещению точек закрепления вдоль дислокаций и отрыву наиболее длинных петель дислокаций. Увеличение области легкого скольжения после УЗО с большими амплитудами объясняется образованием порогов на дислокациях, которые сами могут действовать как источники новых

дислокаций, приводя к образованию полос скольжения. Свободная от дефектов центральная часть полос скольжения способствует легкому прохождению дислокаций. Также авторы [101, 102] полагают, что в увеличение протяженности стадии легкого скольжения вносит вклад аннигиляция дислокационных диполей.

Прочностные свойства материалов с увеличением амплитуды напряжений выше критического меняются немонотонно. В работе [73] на зависимости ультразвукового упрочнения моно- и поликристаллов никеля от амплитуды напряжений авторы выделили три участка (рисунок 1.6). На первом участке наблюдался почти линейный рост упрочнения, на втором - упрочнение увеличивалось пропорционально квадрату амплитуды, на третьем - оно почти не менялось с увеличением амплитуды. При всех амплитудах происходило размножение дислокаций, вторую стадию связывали с интенсивным поперечным скольжением дислокаций, о чем свидетельствовало появление полос скольжения. С дальнейшим повышением амплитуды полосы скольжения расширялись и заполняли почти всю видимую поверхность образца.

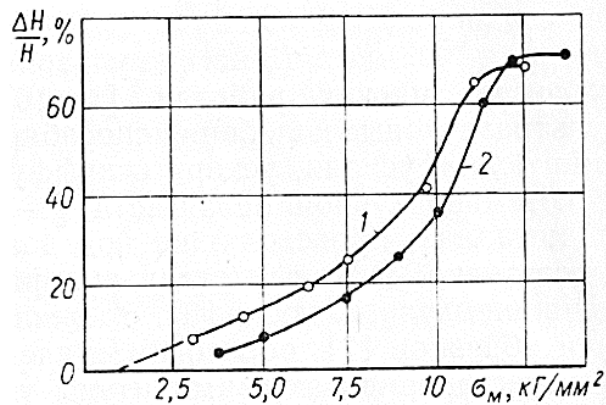


Рисунок 1.6 - Зависимость ультразвукового упрочнения никеля от амплитуды напряжений ультразвука для моно- (1) и поликристаллических образцов (2) [73]

Как было упомянуто выше, изменение механических свойств материалов под действием ультразвука зависит от их исходного состояния.

В работе [65] сравнивали прочностные свойства гафния, отожженного и прокатанного до разных степеней обжатия (18-70%) после УЗО. Ультразвуковая обработка с амплитудами напряжений, сравнимыми с пределами текучести, приводила к упрочнению отожженного гафния и разупрочнению прокатанного материала. Упрочнение авторы связывали с генерацией дефектов, а разупрочнение с релаксацией внутренних напряжений в деформированном материале [65].

В работе [64] изучали возврат свойств алюминия, деформированного холодной прокаткой на 5%, с увеличением времени воздействия УЗО. Автор определил три области

амплитуд напряжений, в которых кинетика возврата имеет свои отличительные особенности. При амплитудах, меньших некоторого порогового значения  $\sigma_{m1}$ , ультразвук не оказывает влияния на скорость возврата (кривые 2,3 на рисунке 1.7). При амплитудах, больших  $\sigma_{m1}$ , но меньших второго порогового значения  $\sigma_{m2}$ , микротвердость монотонно снижается (кривая 4 на рисунке 1.7). При амплитудах, больших  $\sigma_{m2}$ , скорость возврата резко увеличивается, однако за фазой разупрочнения следует стадия упрочнения, которая, достигнув максимума, снова может смениться стадией разупрочнения и т.д. (кривые 5, 6 на рисунке 1.7).

Такое поведение автор объяснял, сравнивая зависимости микротвердости отожженных и деформированных образцов от амплитуды УЗО, представленные на рисунке 1.8. Когда отожженный образец подвергается УЗО, микротвердость увеличивается за счет размножения дислокаций и достигает насыщения со временем. На рисунке 1.8 кривая 1 для отожженного образца отображает значения микротвердости после УЗО на стадии насыщения. Для деформированных образцов (кривая 2) значения микротвердости, соответствуют точкам минимумов (фаза разупрочнения, кривая 6 на рисунке 1.7). На рисунке 1.8  $\sigma_{m1}$  – пороговое значение амплитуды, при котором дислокации в деформируемом материале становятся подвижными, и начинается его разупрочнение. Второе пороговое напряжение  $\sigma_{m2}$  соответствует точке пересечения двух графиков. При амплитудах  $\sigma_m \geq \sigma_{m2}$  с увеличением времени озвучивания уровень внутренних напряжений деформированного материала снижается настолько, что структура металла приближается к структуре отожженного материала. В этот момент знакопеременные напряжения начинают упрочнять материал. При амплитуде напряжения, меньшей  $\sigma_{m2}$ , кривые изменения микротвердости отожженных и деформированных образцов не пересекаются, и при длительном УЗО микротвердость монотонно снижается и не увеличивается (кривые 4 и 7, 8 на рисунке 1.7).

Возможно, при больших степенях предварительной деформации изменение прочностных свойств материалов под действием УЗО имеет более сложный характер. В работе [66] изучали влияние ультразвука с амплитудами напряжений 85 МПа и 200 МПа на структуру и свойства наноструктурированного сплава Zr-2,5%Nb, полученного комбинированной прокаткой при 300 и 100 К на 96%. Микротвердость сплава при УЗО с амплитудой 85 МПа монотонно снижалась с увеличением длительности обработки, тогда как при обработке с амплитудой 200 МПа наблюдалось ее немонотонное изменение (рисунок 1.9). В течение первых двух минут УЗО микротвердость увеличивалась и, достигнув максимума, начинала резко снижаться. После трех минут УЗО микротвердость достигала минимального значения и больше не менялась с дальнейшим увеличением длительности обработки. При этом минимальное значение микротвердости было выше, чем после обработки с амплитудой 85 МПа, но ниже микротвердости исходного деформированного сплава. Такое поведение авторы связывают с

трансформацией субструктуры, которая при малых экспозициях сопровождается генерацией дислокаций, образованием новых границ, увеличением внутренних напряжений. С увеличением времени происходит потеря устойчивости такой структуры, ее частичное разрушение и формирование новой, также нанозеренной, структуры с более равновесными границами и с более низкой плотностью дислокаций. Этот процесс сопровождается резко выраженным разупрочнением.

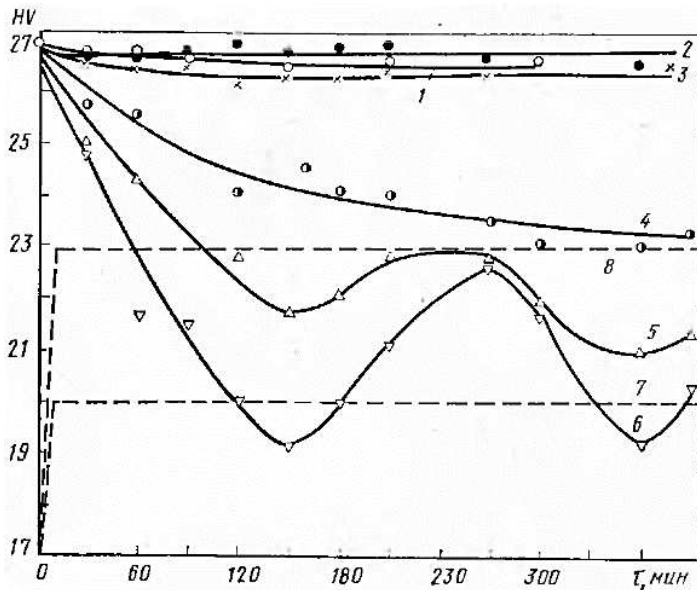


Рисунок 1.7 - Зависимость микротвердости от времени воздействия ультразвука при 33 °С на деформированный алюминий: 1- контрольный образец; 2-6 – образец после УЗО; 2 -  $\sigma_m=4,3$ ; 3 -  $\sigma_m=5,6$ ; 4 -  $\sigma_m=8,4$ ; 5 -  $\sigma_m=10$ ; 6 -  $\sigma_m=11,2$  МПа; 7 и 8 – уровни упрочнения в отожженных образцах при  $\sigma_m=9$  и 10 МПа и времени воздействия >1 мин [64]

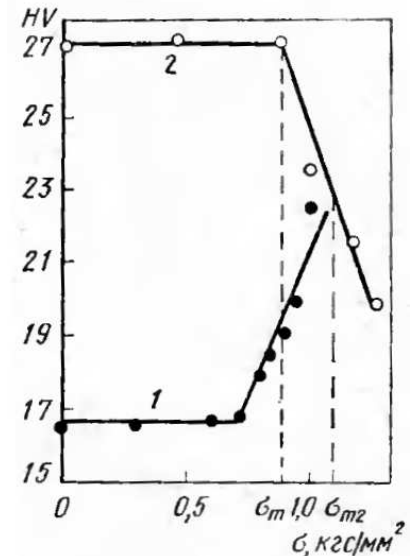


Рисунок 1.8 - Зависимость микротвердости от амплитуды напряжений при воздействии ультразвука на отожженный (1) и деформированный (2) алюминий. Температура 33°С [64]

Как было отмечено в предыдущем параграфе, в зависимости от амплитуды напряжений УЗО оказывает различное влияние на структуру УМЗ материалов, полученных ИПД. Изменение микротвердости никеля, предварительно подвергнутого кручению под высоким давлением, с увеличением амплитуды напряжений коррелирует с изменением значений среднеквадратической микродеформации и плотности дислокаций и носит нелинейный характер: увеличивается при относительно низких амплитудах (до 30 МПа) и снижается при увеличении амплитуды до 60 МПа (рисунок 1.10) [98, 99].

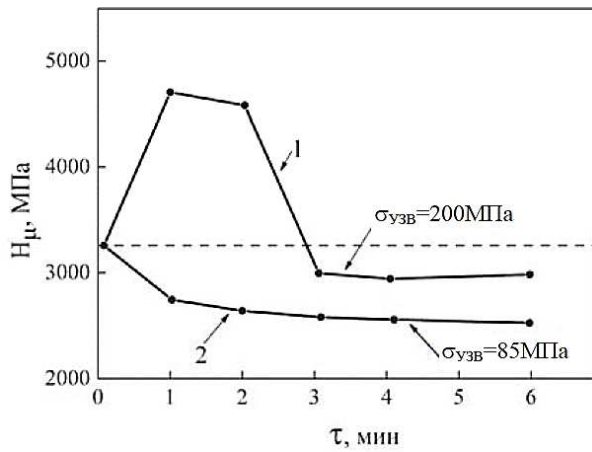


Рисунок 1.9 - Зависимость микротвердости сплава Zr-2,5%Nb, деформированного прокаткой на 96%, от экспозиции УЗО для  $\sigma_{уЗВ}=200$  (1) и 85 МПа (2)[66]

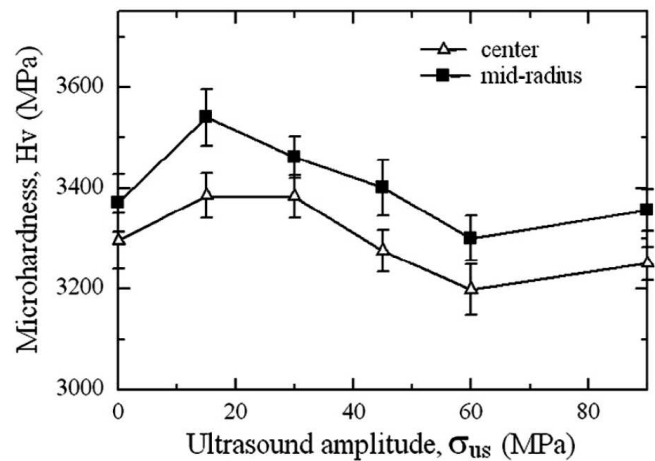


Рисунок 1.10 - Зависимость микротвердости никеля, подвергнутого КВД, от амплитуды напряжений УЗО [98]

В работе [27] исследовали влияние ультразвуковой обработки с различными амплитудами напряжений на структуру и механические свойства никеля, подвергнутого равноканальному угловому прессованию (РКУП). На рисунке 1.11 показана зависимость предела прочности и относительного удлинения от амплитуды напряжений УЗО, которая меняется вдоль цилиндрического образца полуволновой длины. Видно, что прочность и пластичность материала меняется симметрично относительно центра образца. С увеличением амплитуды напряжений предел прочности растет, достигает максимума при амплитуде около 75 МПа и снижается с дальнейшим ее увеличением. При этом относительное удлинение меняется почти аналогично в зависимости от амплитуды. Хотя, как правило, повышение пластичности должно сопровождаться потерей прочности. Такой нетипичный эффект обусловлен механизмами структурной релаксации, при которых генерация, взаимодействие и перераспределение дислокаций под действием осциллирующих напряжений приводит к частичному или полному экранированию внутренних напряжений. При оптимальной амплитуде напряжений эффект релаксации может обеспечить необходимое изменение механических свойств материала.



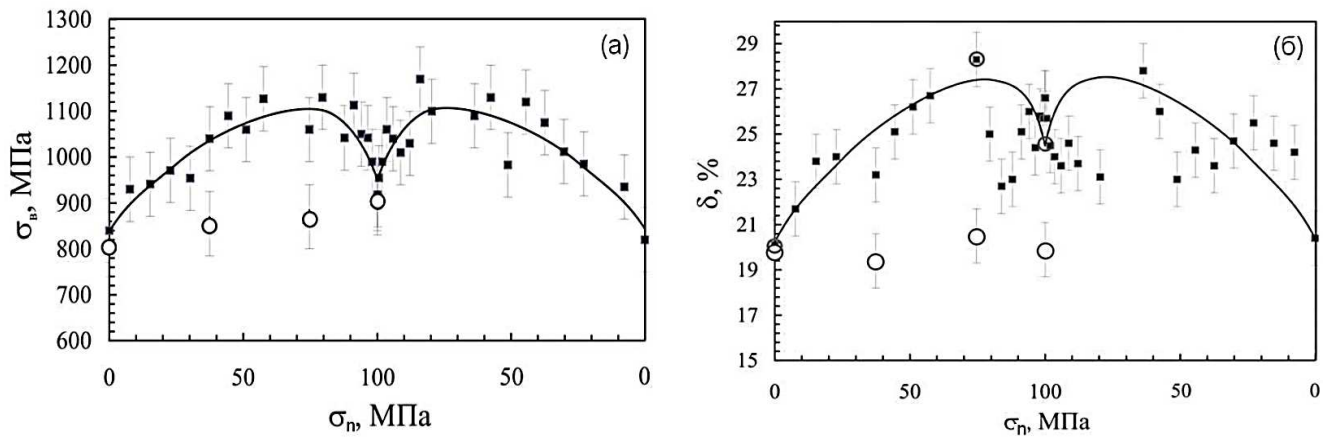


Рисунок 1.11 - Изменение предела прочности (а) и относительного удлинения (б) в зависимости от амплитуды УЗО. Круглыми пустыми точками показаны свойства образца после РКУП, не подвергнутого УЗО [27]

### 1.1.3 Влияние ультразвука на термическую стабильность и свойства деформированных металлов и сплавов

Изменение концентрации и распределения точечных и линейных дефектов в материалах под влиянием ультразвука оказывает влияние на их механические свойства и кинетику структурных изменений в процессе УЗО или при последующем нагреве.

Авторы работы [103] показали, что УЗО монокристаллов молибдена с частотой колебаний 21,6 кГц, амплитудой 18-20 мкм в течение  $t=1-1,5$  мин создает условия ускоренного формирования устойчивых субструктур при последующем нагреве до  $T=1360^\circ\text{C}$  ( $0,56 \times T_{пл}$ ) и выдержке под напряжением 10 МПа, чему способствует равномерное распределение дислокаций без избытка дислокаций одного знака. Однако после более длительной УЗО накапливается большее количество дефектов и стабильность структуры при нагреве до высоких температур снижается. УЗО в процессе протяжки вольфрамовой проволоки (при  $T=250-400^\circ\text{C}$ , с частотой колебаний 21,6 кГц, амплитудой 20 мкм) привела к интенсификации процессов полигонизации при последующем нагреве до  $1400-1500^\circ\text{C}$  ( $0,48 \times T_{пл}$ ) и снижению температуры рекристаллизации примерно на 100 градусов по сравнению с проволокой, протянутой без ультразвука [63].

Серия экспериментов по выяснению влияния УЗО по различным режимам и последующего нагрева на микротвердость и дефектную структуру отожженного никеля была проведена Белостоцким с соавторами [73, 86, 104]. Авторы показали, что УЗО приводит к упрочнению отожженного никеля (до уровня свойств однонаправленно деформированного на 10-15% никеля) как за счет повышения плотности дислокаций до  $10^{14} - 10^{15} \text{ м}^{-2}$ , так и за счет повышения концентрации вакансий до значения порядка  $10^{-4}$ , что близко к равновесному

значению при температуре плавления [104]. Последующий нагрев озвученных образцов с такой неравновесной структурой до температур  $0,62 \times T_{пл}$  ( $800^\circ\text{C}$ ) сопровождается ее перестройкой. На основе данных об изменении относительного остаточного электросопротивления [104], объема образцов и их микротвердости до и после нагрева [86], авторы полагают, что в интервале температур  $150\text{-}350^\circ\text{C}$  происходит сток вакансий, а в интервале  $400\text{-}600^\circ\text{C}$  уменьшается плотность дислокаций. Указанные интервалы температур двух стадий возврата одинаковы для деформированного никеля и для подвергнутого УЗО. Уменьшение концентрации вакансий не повлияло на микротвердость, тогда как перераспределение и аннигиляция дислокаций сопровождались уменьшением микротвердости никеля. Если амплитуда УЗО была выше 120 МПа, а температура отжига составляла  $600^\circ\text{C}$ , авторы этих работ [73, 86, 104] отмечали признаки рекристаллизации: образование новых вытянутых зерен вблизи границ исходных, что связывали с возникновением локальных напряжений у границ зерен во время УЗО.

В работах [26, 76, 105] исследовали влияние УЗО на термостабильность структуры никеля, подвергнутого КВД. Никель, подвергнутый ИПД путем кручения до степени деформации 7, демонстрировал стабильность структуры до температуры  $150^\circ\text{C}$ . После УЗО с амплитудой напряжений 40 МПа температура начала аномального роста зерен при отжиге увеличилась примерно на  $50^\circ\text{C}$ . Замедление роста зерен деформированного металла при повышении температуры объясняли снижением избыточной энергии границ зерен и их кривизны под действием УЗО. Эффект релаксации подтверждали данные микроструктурного и рентгеноструктурного анализа. Среднеквадратическая микродеформация и микротвердость никеля после УЗО с амплитудой напряжения 40 МПа были идентичны соответствующим величинам в состоянии после отжига при  $150^\circ\text{C}$  в течение 25 мин.

Влияние УЗО на термическую стабильность наноструктуры в сплавах циркония и титана анализировали в работах [28-30], выполненных в Национальном научном центре (ННЦ) «Харьковский физико-технический институт». Наноструктурированные состояния в этих сплавах получали прокаткой при комнатной и криогенной температурах со степенями обжатия 3 - 3,9. Затем часть образцов подвергали УЗО с амплитудами 65-80 МПа и исследовали изменения структуры и свойств при комнатной температуре и после выдержки под напряжением при температурах около  $0,33 \times T_{пл}$ . Изменение уровня микронапряжений в наноструктурированных сплавах после воздействия УЗО и нагрева в этих работах оценивали по результатам измерения остаточного электросопротивления.

После прокатки в сплавах циркония была получена структура с размером зерна 60-80 нм и плотностью дислокаций в зернах около  $3,4 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ . Авторы [28, 29] полагают, что УЗО не привела к заметному изменению размера зерна, но границы фрагментов стали более четкими, а плотность дислокаций уменьшилась. В ходе испытаний на ползучесть при температуре 700 К в

сплавах циркония происходит распад большей части границ зерен и на их месте формируются границы полигонального типа. По мнению авторов, такая трансформация структуры происходит в результате активации процессов возврата из-за высоких внутренних напряжений. В образцах, подвергнутых УЗО, после испытаний на ползучесть при температуре 700 К наблюдали рекристаллизованную структуру с размерами зерен около 100 нм. Эксперименты на ползучесть при комнатной температуре и при 700 К показали, что образцы, подвергнутые УЗО, демонстрируют снижение прочности по сравнению с прокатанными образцами на 15% и увеличение пластичности на 16%. Такое влияние ультразвука объясняли перераспределением дислокаций, изменением субструктуры и образованием более совершенных и упорядоченных границ зерен, то есть самоорганизацией дислокационной подсистемы при циклических напряжениях.

В работе [30] титан VT1-0 был подвергнут прокатке при комнатной температуре до степени деформации 3,0. В результате прокатки сформировалась УМЗ-структура с размерами зерен 55–140 нм. Авторы считают, что в прокатанном титане зерна были практически свободны от дислокаций решетки. Часть образцов подвергали УЗО в течение 30 мин с амплитудой касательных напряжений 65 МПа. УЗО не изменила размер зерна, но структура стала более однородной и свободной от напряжений. Авторы [30] подробно описывают микроструктуру прокатанных и озвученных образцов, однако приведенные в статье ПЭМ изображения структуры не убеждают в корректности приведенного описания. После испытаний на ползучесть при комнатной температуре в образцах прокатанного титана сформировалась фрагментированная структура с размером фрагментов 0,05-0,15 мкм. В образцах титана, подвергнутых УЗО, наблюдали ячеистую структуру, скопления дислокаций у границ зерен, а также микродвойники. Испытания на ползучесть при температуре 350°C привели к рекристаллизации структуры прокатанного титана, в результате чего средний размер зерна увеличился до 1 мкм. В образцах озвученного титана после испытаний наблюдали признаки незаконченной первичной рекристаллизации: размер новых зерен варьировался от 0,2 до 1 мкм, в некоторых зернах присутствовали полигональные границы. Авторы считают, что снижение внутренних напряжений вследствие УЗО привело к замедлению процессов рекристаллизации и развитию полигонизации.

Испытания на ползучесть при температурах 20°C и 350°C показали увеличение предела прочности при сохранении предела текучести и пластичности озвученных образцов прокатанного титана, в отличие от рассмотренного выше поведения Zr и его сплавов, которые проявляли увеличение пластичности после УЗО. Прирост прочности составил примерно 8% при 20°C и 20% при 350°C. Перестройка структуры и образование новых деформационных границ (стенок ячеек, полигональных границ, микродвойников), более устойчивых к растягивающим

нагрузкам, могли приводить к упрочнению в ходе испытаний. Авторы также связали это различие в свойствах разных материалов с разницей в значениях энергии дефекта упаковки, которая равна  $20 \text{ мДж} \times \text{м}^{-2}$  в титане и  $220 \text{ мДж} \times \text{м}^{-2}$  в цирконии. Низкая энергия дефекта упаковки затрудняла процессы возврата в титане, поэтому воздействие ультразвука приводило к дополнительному упрочнению.

Результаты испытаний на ползучесть как циркония, так и титана, показали, что разница в прочности образцов до и после УЗО наиболее заметна при высокой температуре ( $0,33 \times T_{пл}$ ) и составляет 15-20%, тогда как при комнатной температуре не превышает 8%.

Как следует из приведенных литературных данных, влияние УЗО на дефектную структуру и свойства металлов и сплавов весьма многообразно и неоднозначно. Авторы предлагают различные гипотезы для объяснения полученных экспериментальных данных. При этом в большинстве случаев рассматривают возможности генерации и перераспределения вакансий и дислокаций под воздействием ультразвука.

## **1.2 Моделирование процессов ультразвуковой обработки**

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

С помощью компьютерного моделирования в [89, 106] был рассмотрен механизм генерации дислокаций источником Франка-Рида под действием ультразвука. Было показано, что достижение дислокационной петлей критической конфигурации является необходимым, но еще недостаточным условием для генерации замкнутой петли. Авторы ввели понятие динамического предела текучести, достижение которого является достаточным условием для генерации источником новой дислокации, и который растет с увеличением частоты. При малой длине петли динамический предел текучести совпадает со статическим, достигает минимума, затем растет с дальнейшим ее увеличением. Когда амплитуда колебаний меньше динамического предела текучести, устанавливаются нелинейные колебания дислокационной петли. Время образования дислокационной петли источником Франка-Рида по порядку величины сравнимо с периодом колебаний.

В реальных кристаллах всегда присутствуют неоднородные поля внутренних напряжений [71]. Влияние этих полей на генерацию дислокаций источником Франка-Рида под действием ультразвука было изучено в работе [107]. В качестве источника неоднородных полей рассматривали границу наклона. Показано, что влияние границы может значительно различаться в зависимости от того, где находится источник. Поле границы может либо

стимулировать развитие петли, либо оказывать тормозящее действие. Степень влияния поля внутренних напряжений определяется соотношением между длиной источника и пространственным масштабом неоднородности поля внутренних напряжений. Присутствие неоднородного поля влияет не только на величину динамического предела текучести, но и на его зависимость от частоты. Результаты расчетов частотной зависимости динамического предела текучести описываются степенной функцией, в которой показатель степени возрастает с уменьшением длины источника. Результаты моделирования подтверждают и позволяют интерпретировать тот факт, что источники, локализованные вблизи границ блоков, играют значительную роль на начальных стадиях пластической деформации [13, 64, 71, 87, 108].

При воздействии периодических напряжений в деформации большую роль играет поперечное скольжение [64]. Особенности этого процесса были рассмотрены в [109] на примере винтовой дислокации в неоднородном поле напряжений одноименной с ней закрепленной дислокации. Авторы [109] методом моделирования установили, что процесс поперечного скольжения дислокаций начинается, если они стартуют из определенных областей пространства в неоднородном поле напряжений. Поперечное скольжение дислокаций под действием ультразвука может быть как однократным, так и многократным. Размер и форма этих областей зависят от параметров ультразвукового воздействия (амплитуда, частота), а также от коэффициента динамической вязкости и ориентации образца [109].

Под действием ультразвука имеет место процесс самоорганизации дислокаций, в результате которой формируются упорядоченные дислокационные ансамбли [13, 74, 80, 81, 90, 91]. С помощью моделирования совершенствование структуры полигональных границ под действием ультразвука было продемонстрировано в [110]. В [12] исследовали изменение структуры неупорядоченных дислокационных ансамблей из параллельных краевых дислокаций разного знака, перемещающихся по параллельным плоскостям, под действием ультразвука. Результаты моделирования показали, что в ультразвуковом поле формируются упорядоченные дислокационные структуры в виде коротких стенок из дислокаций одного знака, которые не распадаются после прекращения воздействия. С увеличением длительности воздействия ультразвука количество дислокаций, вошедших в стенки растет и при определенном времени достигает насыщения. Время достижения насыщения зависит от амплитуды и частоты, оно уменьшается с увеличением этих параметров. Стенки одноименных дислокаций чередуются по знаку, что обеспечивает компенсацию внутренних дальнедействующих полей напряжений. Их число может меняться в течение всего времени воздействия.

В работе [111] с помощью машинного моделирования исследовалось поведение дислокационных диполей под действием ультразвука. Показано, что при малых амплитудах колебания дислокаций диполя происходят около положений их устойчивого равновесия в

отсутствие внешней нагрузки. С увеличением амплитуды условные центры равновесия дислокаций устанавливаются на одной прямой, что соответствует их неустойчивому положению равновесия покоящихся дислокаций. В [16] рассмотрено воздействие осциллирующих напряжений на дислокационную структуру, представляющую собой триполь, Обнаружено, что знакопеременные напряжения вызывают поступательное движение триполя, скорость которого зависит от параметров приложенной нагрузки. В [17, 112] было установлено, что из 12 различных трипольных конфигураций только три были подвижны под действием знакопеременных напряжений. Остальные конфигурации оставались неподвижными либо через какое-то время перестраивались в эти три подвижные конфигурации [112]. Показано, что взаимное положение центра масс положительных и отрицательных дислокаций определяет направление движения триполя. Авторами был сформулирован критерий подвижности триполей: «если координаты центра масс положительных и отрицательных дислокаций, составляющих триполь, не совпадают, то он является подвижным» [112]. Вероятно, этот критерий распространяется и на мультипольные дислокационные конфигурации.

В поле бегущей волны системы одного знака, в том числе фрагменты дислокационных стенок, могут совершать дрейфовое движение [113, 114]. При этом, скорость дрейфа увеличивается на два порядка вблизи некоторых собственных частот колебаний дислокационной стенки.

Экспериментально показано, что УЗО может приводить к усовершенствованию структуры, релаксации внутренних напряжений, источниками которых являются неравновесные границы зерен [27, 99, 100]. Для изучения этого процесса методом молекулярной динамики (ММД) в работе [115] была построена граница наклона в бикристалле никеля, содержащая дисклинационный диполь, который создавал дальнедействующие поля напряжений. Показано, что под действием циклических напряжений неравновесная граница начинает генерировать решеточные дислокации, которые скользят к стокам на свободных поверхностях бикристалла. Дислокации зарождаются в областях границы, в которых поле напряжений дисклинационного диполя облегчает этот процесс, поэтому последний приводит к компенсации полей напряжений дисклинационного диполя и возврату равновесной структуры и энергии границы (рисунок 1.12). В реальных кристаллах скользящие дислокации могут аннигилировать или поглощаться противоположными границами.

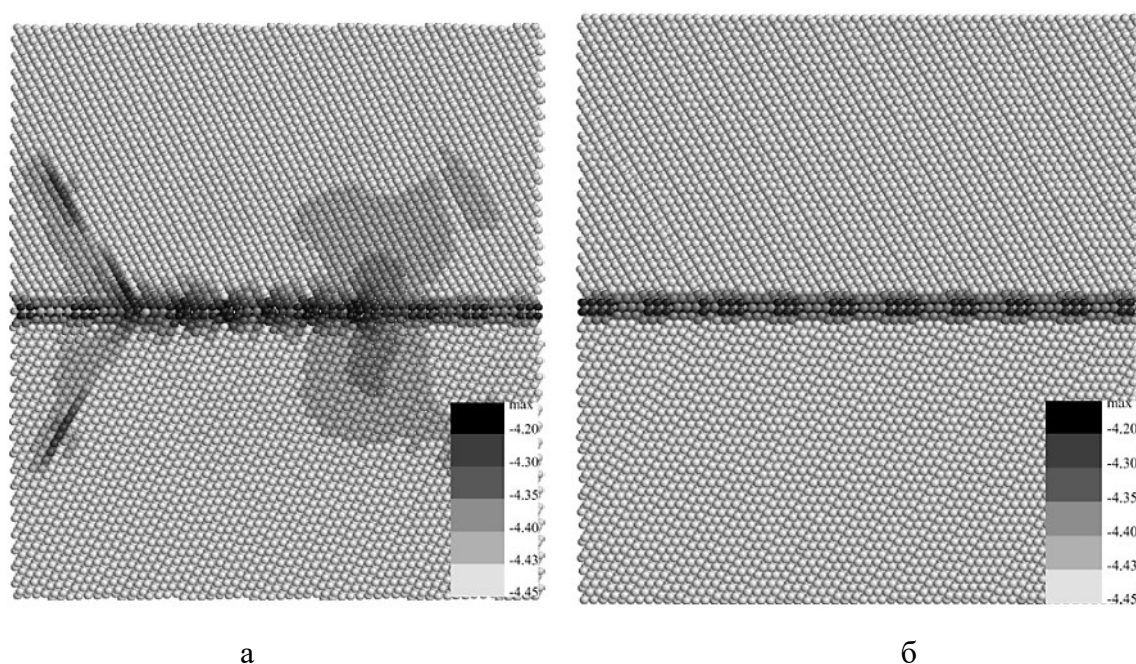


Рисунок 1.12 - Карты энергии бикристалла никеля, содержащего дисклинационный диполь, до (а) и после приложения пяти циклов знакопеременных напряжений (б) [115]

В работе [67] была построена структура, состоящая из колончатых нанозерен никеля гексагонального сечения. Неравновесность границ зерен смоделировали путем введения зернограницных дислокаций с помощью сдвигового деформирования выбранных зерен на заданную величину [116]. Методом молекулярной динамики авторы [116] установили, что существует критическая амплитуда ультразвука, при которой неравновесные границы в нанозернах никеля начинают испускать дислокации. Эти дислокации скользят в теле зерна и встраиваются в противоположную границу, что приводит к снижению полей дальнедействующих напряжений, создаваемых этими границами. Увеличение амплитуды напряжений приводит к уменьшению количества циклов, необходимых для полной релаксации полей дальнедействующих напряжений, создаваемого неравновесными границами зерен [116].

Кроме неравновесных границ зерен для деформированных материалов характерна высокая плотность дислокаций внутри зерен. В работах [68, 117, 118] изучали влияние внешних знакопеременных напряжений на неупорядоченные дислокационные ансамбли в зерне. При этом форма зерна была квадратной, а границы содержали дисклинации, что обеспечивало их неравновесность. Показано, что в результате ультразвукового воздействия большая часть дислокаций встраивается в границы зерен, тем самым компенсируя дальнедействующие поля напряжений стыковых дисклинаций. В некоторых случаях стенки могут “изгибаться” под действием высокочастотных напряжений. При малой мощности дисклинаций и при малых амплитудах ультразвука в границы уходят только близлежащие дислокации, в то время как

остальные дислокации образуют диполи или более сложные устойчивые конфигурации, такие как стенки дислокаций [117]. Процесс релаксации имеет две стадии: быстрая, соответствующая движению основной массы дислокаций в сторону границ зерен, и медленная, когда оставшиеся одиночные дислокации или их мультипольные конфигурации медленно дрейфуют к границам.

С увеличением систем скольжения до трех в идентичной модели неравновесной структуры появляются некоторые отличия [69, 119]. Например, наблюдается формирование дислокационных стенок в системах скольжения с меньшим фактором Шмидта, а также образование неподвижных конфигураций из двух и более дислокаций, принадлежащих различным плоскостям скольжения, которые могут препятствовать движению других дислокаций, что может способствовать формированию субструктуры. Амплитуда ультразвука влияет на перестройку неупорядоченных дислокационных структур: чем она выше, тем меньше дефектов остается внутри зерна и больше дислокаций оказывается в границах. Аналогичное влияние на дислокационную перестройку оказывает степень неравновесности границ зерен, то есть мощность дисклинаций. Существуют оптимальные значения амплитуды УЗО, при которых достигается максимальное снижение внутренних напряжений, что согласуется с экспериментальными данными [70, 98, 99].

С помощью моделирования также показано, что воздействие ультразвука на деформированную структуру в отличие от отжига не приводит к росту зерен, а также способствует увеличению концентрации вакансий [75].

Для проверки результатов моделирования необходимо проведение экспериментов с металлами и сплавами, в которых нано- или УМЗ структура получены методами ИПД. Особенности структуры и свойств таких материалов рассмотрены в следующем разделе.

### **1.3 Микроструктура и свойства ультрамелкозернистых материалов, подвергнутых интенсивной пластической деформации**

#### *1.3.1 Структура ультрамелкозернистых материалов, полученных методами интенсивной пластической деформации*

Микроструктура металлических материалов, подвергнутых интенсивной пластической деформации, характеризуется не только малым размером зерен, но и высокими внутренними напряжениями, плотностью внутризеренных и зернограницных дислокаций, кристаллографической текстурой [18, 19, 120].

УМЗ материалы, подвергнутые ИПД, в отличие от отожженных материалов имеют специфический вид границ зерен, наблюдаемый на электронно-микроскопических снимках [19]. На рисунке 1.13 изображена микроструктура сплава Al-4%Cu-0,5%Zr после кручения под



высоким давлением (рисунок 1.13а) и после низкотемпературного отжига (рисунок 1.13б). Структура деформированного материала отличается диффузным контрастом границ зерен и широкими контурами экстинкции вблизи границ, их уширение обусловлено высоким уровнем внутренних напряжений и искажений кристаллической решетки [121]. Показано, что уровень упругих деформаций около границы существенно выше, чем внутри зерна (рисунок 1.13в) [19].

Микроструктура материалов, подвергнутых РКУП, может существенно измениться уже после 1-2 проходов. Однако в этом случае она представлена ячеистыми структурами с малоугловыми границами (МУГ). Преимущественно большеугловые границы зерен формируются при увеличении числа проходов прессования до 8 и более. В [19] на примере Al показано, что увеличение числа проходов от одного до четырех приводит к постепенному превращению малоугловых ячеистых границ в большеугловые границы, но это происходит только при маршруте В, тогда как при маршрутах А и С структура остается в основном субзеренной.

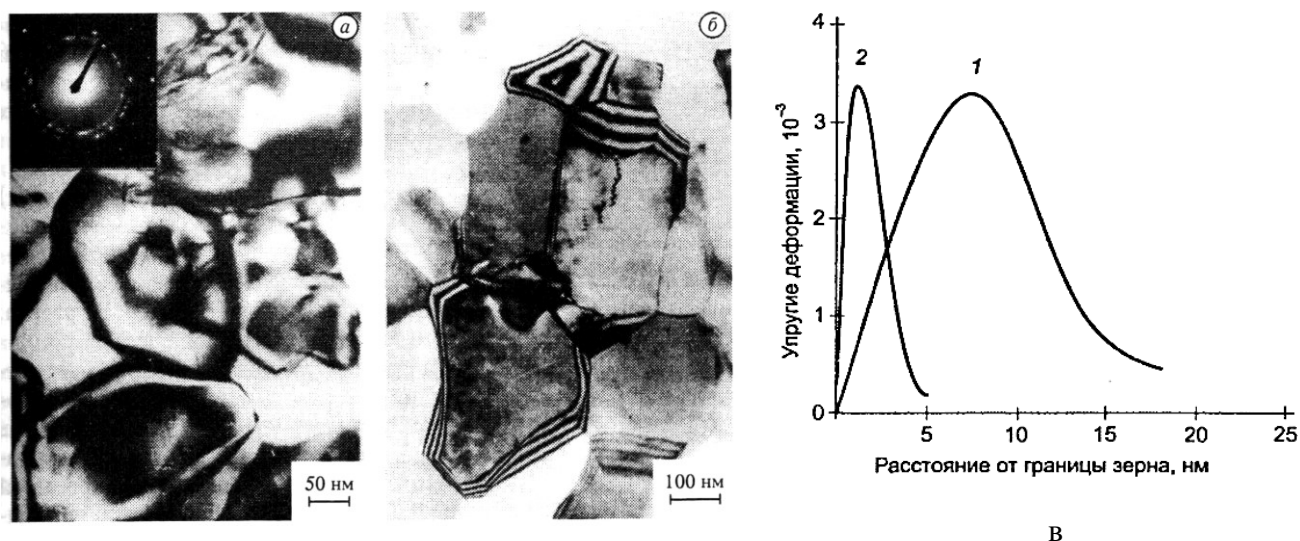


Рисунок 1.13 - Микроструктура сплава Al-4% Cu-0,5% Zr а) после КВД; б) после дополнительного отжига при 160°C в течение 1 ч; (в) распределение полей внутренних упругих напряжений в зависимости от расстояния от границы зерна: 1 – экспериментальная кривая, 2 – расчетная кривая при средней плотности зернограницных дислокаций  $10^8 \text{ м}^{-1}$  [19]

Таким образом, эволюция структуры в процессе интенсивной деформации состоит прежде всего не в дальнейшем измельчении микроструктуры, а в трансформации малоугловых границ ячеистой структуры в большеугловые границы зерен [122, 123]. На ранней стадии деформации границы ячеек становятся тоньше. Дальнейшая деформация приводит к накоплению дислокаций в границах ячеек, при достижении плотности дислокаций критического значения дислокации противоположного знака начинают аннигилировать, то есть

развивается процесс возврата [122, 123]. В итоге в границах ячеек остаются дислокации с вектором Бюргера, перпендикулярным границе, и скользящие дислокации. Первые при дальнейшей деформации приводят к увеличению разориентировок границ и преобразованию ячеистой структуры в зеренную, а вторые ответственны за дальнедействующие поля упругих напряжений. При этом границы зерен сильно неравновесны, так как эти поля напряжений внесенных зернограницных дислокаций вызывают значительные искажения кристаллической решетки вокруг границ зерен. Кроме того, движение скользящих зернограницных дислокаций приводит к зернограницному проскальзыванию [122, 123].

### *1.3.2 Механические свойства металлов, полученных методами интенсивной пластической деформации*

Структура УМЗ металлов обеспечивает их уникальные механические свойства. К числу фундаментальных механических характеристик металлического материала относятся прочность и пластичность, имеющие четко выраженную взаимосвязь. Хорошо известно, что с уменьшением размера зерна улучшаются прочность, твердость, сопротивление многоциклового усталости. В то же время снижаются свойства, связанные с пластичностью (относительное удлинение, ударная вязкость, сопротивление распространению трещины) из-за низкой способности таких материалов к деформационному упрочнению [18-20].

На рисунке 1.14 представлены кривые «истинные напряжения-деформации» при испытании на растяжение меди, подвергнутой РКУП [19]. Медь после ИПД в сравнении с отожженной имеет более высокое значение предела текучести (выше 400 МПа) и значительно менее выраженное деформационное упрочнение на стадии пластического течения, что связано с развитием зернограницного проскальзывания наряду с внутризерненным скольжением дислокаций. На рисунке 1.15 показаны инженерные кривые напряжение-деформация сплава ВТ6 с УМЗ структурой, полученной всесторонней деформацией, и с микрокристаллической структурой [20]. УМЗ сплав демонстрирует меньшие значения удлинения и деформации до образования шейки по сравнению с микрокристаллическим состоянием. Пластичность различных УМЗ материалов, подвергнутых ИПД, по сравнению с крупнозернистыми может снижаться в несколько раз, что чаще всего не удовлетворяет условиям их эксплуатации.

Наиболее очевидный способ увеличить протяженность области пластической деформации связан с отжигом материала, который бы снимал внутренние напряжения [124]. Однако, высокий уровень внутренних напряжений в УМЗ и нанокристаллических материалах способствует значительному увеличению размера зерен при более низких температурах, что снимает эффект упрочнения.

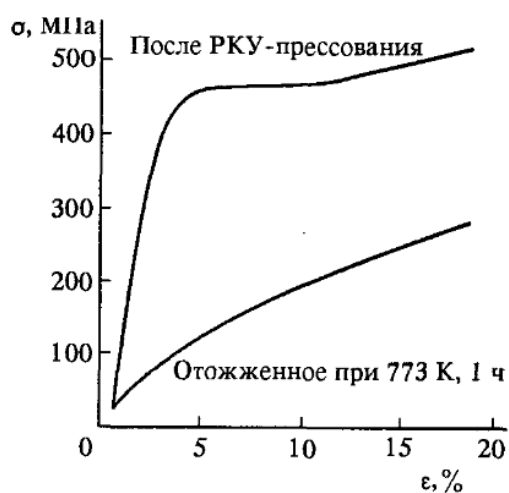


Рисунок 1.14 - Кривые «истинные напряжения-деформации» меди в отожженном состоянии и после РКУП [19]

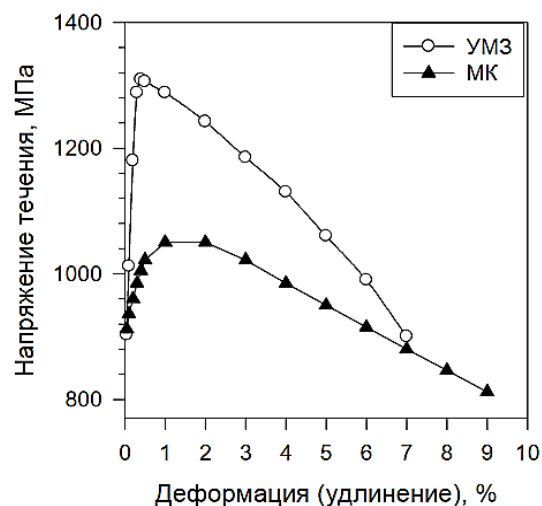


Рисунок 1.15 - Инженерные кривые напряжение-деформация УМЗ и микрокристаллического сплава ВТ6 [20]

Значительно отличаются от механических свойств обычных поликристаллов и высокотемпературные механические свойства УМЗ материалов. При определенных условиях УМЗ материалы проявляют низкотемпературную и/или высокоскоростную сверхпластичность [18, 21, 22]. Уравнение, описывающее механическое поведение металлов при повышенных температурах [21], имеет вид:

$$\dot{\varepsilon} = A \frac{D \cdot G \cdot b}{k \cdot T} \left(\frac{b}{d}\right)^p \cdot \left(\frac{\sigma}{G}\right)^n, \quad (1)$$

где  $\dot{\varepsilon}$  - скорость деформации;  $D$  – коэффициент зернограничной диффузии,  $G$  - модуль сдвига,  $b$  – вектор Бюргера,  $k$  – постоянная Больцмана,  $T$  – температура испытаний,  $d$  – размер зерна,  $p$  – показатель степени, указывающий на зависимость от размера зерна (обычно близок к 2),  $\sigma$  – напряжение течения,  $n$  – показатель степени, указывающий на зависимость от напряжения течения и обратной величине  $m$  – коэффициенту скоростной чувствительности напряжения течения.

Многочисленные исследования показали, что свойства УМЗ материалов в условиях сверхпластической деформации (СПД) определяются преимущественно размером зерна, структурно-фазовым состоянием, а также высокой степенью неравновесности границ зерен и, как следствие, увеличением их диффузионной проницаемости [19, 21].

Скорости деформаций при СПД должны быть такими, чтобы обеспечить и протекание диффузионных процессов и не допустить чрезмерного роста зерен при повышенных температурах. Для большинства металлов и сплавов оптимальные скорости деформации при СПД лежат в интервале  $10^{-5}$ - $10^{-2}$  с<sup>-1</sup> [21, 23].

Для проявления СПД важно, чтобы размер и форма зерен оставались как можно более стабильными при нагреве и в процессе деформации. Поэтому часто сверхпластичность проявляют двухфазные сплавы, так как зернограничное проскальзывание осуществляется легче по межфазным границам, а микроструктура в этом состоянии более стабильна [21, 23].

Одними из широко распространенных материалов, в которых наблюдается эффект СПД, являются титановые сплавы. Изменение структуры титановых сплавов из микрокристаллического в УМЗ состояние приводит снижению температуры сверхпластического течения на 200-300°C [22-25, 125].

В работе [25] исследовали свойства сплава Ti-6Al-4V ELI, подвергнутого РКУП, при испытаниях на растяжение в интервале температур 500-800°C и скоростей деформации  $10^{-4}$ - $10^{-2}$  с<sup>-1</sup> (рисунок 1.16). УМЗ образцы титанового сплава демонстрировали высокие удлинения ( $\delta=240\%$ ) уже при температуре 600°C и скорости деформации  $10^{-4}$  с<sup>-1</sup>. При увеличении температуры до 700°C и скорости деформации до  $10^{-2}$  с<sup>-1</sup> удлинение УМЗ сплава возросло почти в 2,5 раза по сравнению с недеформированными образцами ( $\delta=286$  и  $110\%$ , соответственно). Коэффициент чувствительности напряжений течения к скорости деформаций при температуре 600°C в интервале скоростей  $10^{-3}$ - $10^{-1}$  с<sup>-1</sup> имел значения около 0,26.

В работе [23] на сплаве Ti-6Al-4V с размером зерна 300 нм было получено удлинение  $\delta=296\%$  и коэффициент скоростной чувствительности  $m=0,34$  при температуре 600°C и скорости деформации  $10^{-4}$  с<sup>-1</sup>, а в работе [125] на том же сплаве с таким же размером зерна было получено удлинение  $\delta=500\%$  и  $m=0,34$  при той же температуре и скорости деформации  $5 \times 10^{-4}$  с<sup>-1</sup>. Зависимости напряжения от скорости деформации образцов сплава Ti-6Al-4V после РКУП, построенные при температурах испытаний в интервале 600-700°C, имеют вид сигмоидальной кривой, типичный для СПД (рисунок 1.17) [23]. Однако напряжение течения при снижении температуры испытаний увеличивается.

Таким образом, формирование ультрамелкозернистой структуры оказывает значительное влияние на механические свойства металлов и сплавов и может привести к проявлению сверхпластичности при относительно низких температурах и/или более высоких скоростях деформации. При этом, однако, низкотемпературная СПД требует достаточно высоких напряжений течения [23-25].

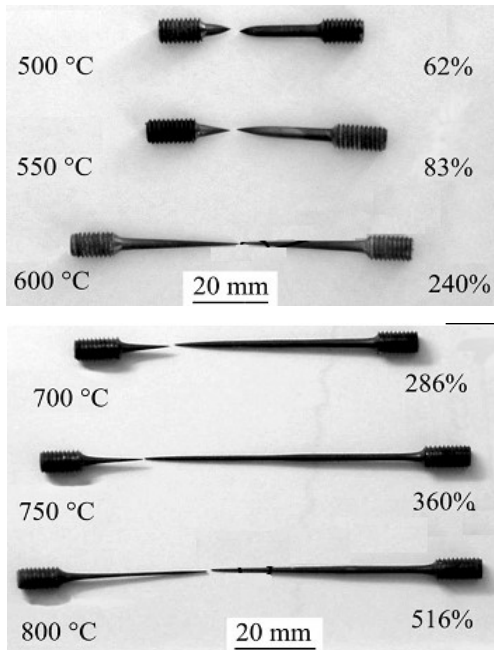


Рисунок 1.16 - Вид образцов из УМЗ сплава Ti-6Al-4V ELI после растяжения в интервале температур 500-800°C и скоростях деформации  $10^{-4}$  и  $10^{-2} \text{ c}^{-1}$  (а и б, соответственно) [25]

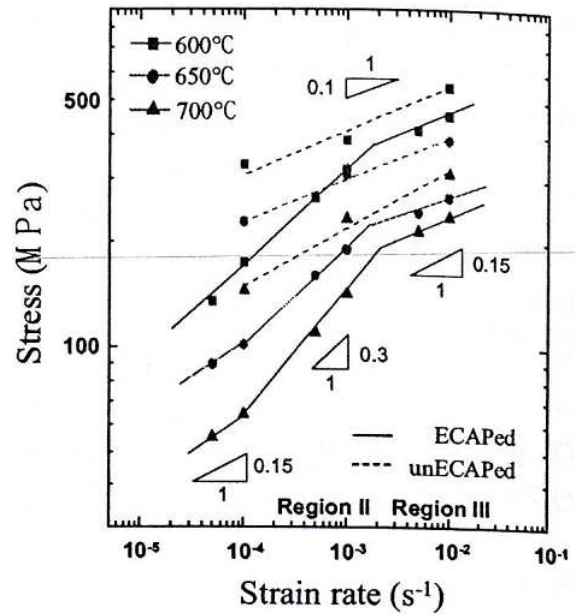


Рисунок 1.17 - Графики зависимости напряжения от скорости деформации сплава Ti-6Al-4V до и после РКУП при температурах СПД 600, 650, 700°C [23]

#### 1.4 Ультразвуковая сварка металлов: принцип, механизмы, структурные изменения, свойства соединений

Начиная с первых экспериментов Уильриха [126], показавших возможность соединения металлов с помощью ультразвука, ультразвуковая сварка стала одним из методов твердофазного соединения металлов и сплавов и широко применяется в электротехнической, автомобильной, приборостроительной и медицинской промышленности для сварки тонких пластин, лент, фольг, проволок [31, 35, 36, 40, 127]. УЗС позволяет осуществлять, например, соединение проводов, листов в конденсаторах, батареях, имеет ряд приложений в изготовлении упаковок, деталей автомобилей, самолетов и т.д. [31, 127]. УЗС металлов осуществляется путем приложения высокочастотных сдвиговых колебаний к соединяемым листам при одновременном воздействии сжимающего усилия [40, 41]. На начальных этапах обработки трение и деформация контактирующих поверхностей обеспечивают их разогрев и разрушение поверхностных окисных пленок, что приводит к появлению зон схватывания, которые расширяются, под воздействием продолжающейся высокоскоростной знакопеременной деформации, обеспечивая соединение металлов [31, 39].

УЗС обладает рядом преимуществ по сравнению с другими видами сварки, ключевыми из которых считается низкие тепловыделение и энергопотребление. Температура в сварной зоне

зависит от физических (плотность, теплопроводность, теплоемкость и др.) и механических (модуль упругости, предел текучести и др.) свойств свариваемых материалов, а также от параметров сварки (сжимающего усилия, амплитуды колебаний, длительности воздействия и др.), но, как правило, она не превышает температуры плавления соединяемых металлов [31, 37, 41, 42]. Например, в работе [42] показано, что при УЗС алюминиевого сплава 6111 температура в зоне сварки растет с увеличением энергии и может достигать значений от 75°C при энергии 180 Дж до 400°C при энергии 1000 Дж. При сварке алюминиевого и титанового сплава пиковая температура не превысила 540°C [128]. Также авторы [42] показали, что затраты энергии при УЗС в несколько раз меньше, чем при точечной сварке трением с перемешиванием, и на два порядка меньше по сравнению с точечной контактной сваркой.

Для проведения УЗС в большинстве случаев не требуется предварительной очистки свариваемых поверхностей, поскольку они очищаются от загрязнений и оксидных пленок благодаря высокочастотным колебаниям.

Еще одним достоинством УЗС является высокая производительность (скорость выполнения работ). Хотя время сварки варьируется в зависимости от толщины листов и мощности сварочного аппарата, большинство соединений при сварке пластичных металлов можно получить менее, чем за 1 с.

Методом УЗС можно сваривать практически любые металлы, а также большинство их комбинаций (рисунок 1.18) [129]. Относительно мягкие металлы и сплавы, такие как алюминий, медь и их сплавы, оказались наиболее свариваемыми, и поэтому наиболее изучены [34, 40-54]. С увеличением твердости сплава процесс требует увеличения энергии, усилия сжатия и/или уменьшения толщины деталей [31, 129].

Несмотря на вышеперечисленные преимущества применимость данного метода сварки ограничена в силу конструкции сварочных инструментов и особенностей механизма воздействия. В первую очередь процесс ограничивается типом сварных соединений (внахлест). Стыковые, тавровые и угловые соединения еще не стали обычным явлением для современных ультразвуковых систем, хотя были предложены методы, позволяющие их выполнять [130].

Вследствие воздействия наконечника ультразвукового инструмента верхняя поверхность присоединяемого листа как правило испытывает некоторую деформацию. Это будет более или менее выраженным в зависимости от геометрии и шероховатости поверхности наконечника и условий сварки (мощности и статического усилия). Посредством особого внимания к конструкции и параметрам наконечника, как правило, можно уменьшить, но редко устранить, деформацию свариваемой детали.

Также ограничения накладываются на толщину и твердость свариваемых деталей. В обоих случаях они связаны с существующими ограничениями на доступную мощность ультразвука.

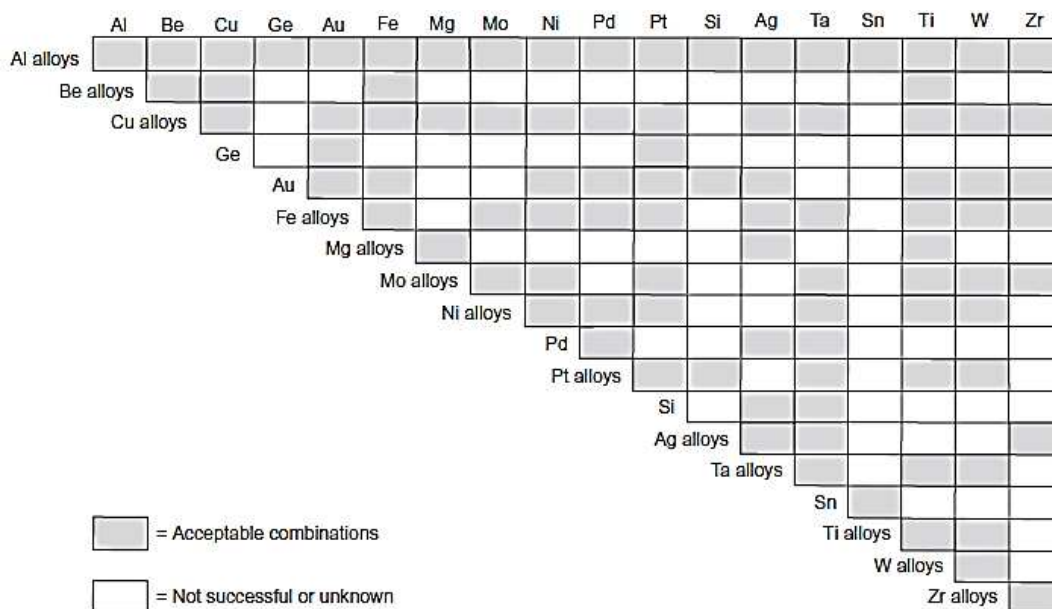


Рисунок 1.18 - Материалы, соединения которых получены методом УЗС [129]

#### 1.4.1 Принцип действия ультразвуковой сварки

Ультразвуковая сварка - это процесс, при котором соединение тонких заготовок осуществляется специальным сварочным инструментом при совместном действии на заготовки нормальной силы сжатия и знакопеременных тангенциальных смещений с ультразвуковой частотой (рисунок 1.19) [31]. Фактическая зона соединения обозначена закрашенной областью между двумя заготовками на рисунке 1.19. На границе раздела действуют два типа компонентов силы. Во-первых, это статическая сила, действующая под прямым углом к соединяемым поверхностям, а во-вторых, поперечная сила сдвига, вызванная поперечным движением деталей, подобным трению. Это резко контрастирует с родственным процессом ультразвуковой сварки пластмасс, где противоположные поверхности колеблются под прямым углом друг к другу. Несмотря на то, что между деталями образуется локальная пластически деформированная зона сварки, в этой зоне не происходит расплавления металлов.

Ультразвуком можно осуществлять точечную сварку, а также шовную с применением роликового механизма. Большинство сварочных систем работают на частоте 20-40 кГц. Нет доказательств наличия критической частоты, при которой процесс УЗС будет оптимальным. Амплитуда колебаний варьируется в зависимости от конструкции инструмента и настроек мощности для конкретного применения. Обычно амплитуда находится в диапазоне 10-50 мкм

[31, 129]. Большинство ультразвуковых сварочных систем работают в диапазоне мощностей 2,5–3,5 кВт. Самые передовые системы обеспечивают ультразвуковую мощность 9 кВт [131]. Мощность, энергия и время сварки – взаимосвязанные параметры. Площадь под кривой «мощность-время» представляет собой энергию, затрачиваемую на образование сварного соединения, а точнее, электрическую энергию, подаваемую к преобразователю во время цикла сварки.

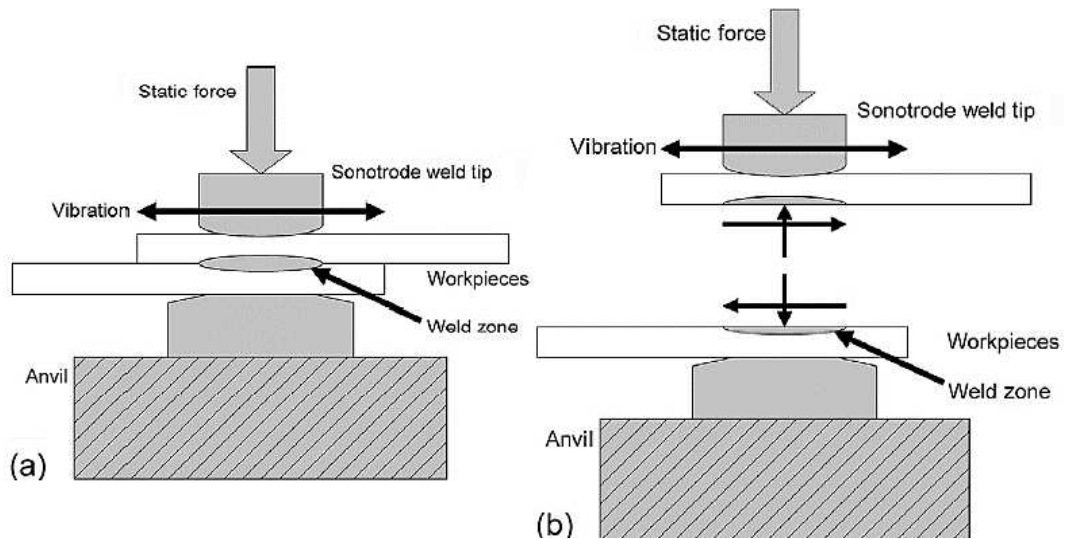


Рисунок 1.19 - Схема УЗС: (а) знакопеременные тангенциальные смещения, сообщаемые заготовкам и зоне сварки, и (б) нормальные силы и силы сдвига, действующие на зону сварки [31]

Статическая сила обеспечивает тесный контакт между противоположными поверхностями соединяемых деталей. Величина силы, необходимой для сварки, зависит от материалов и толщины свариваемых листов, а также от площади производимого сварного соединения и может варьироваться от десятков до тысяч ньютонов. Например, при изготовлении сварного соединения листов алюминия площадью  $40 \text{ мм}^2$  могут использоваться усилия порядка  $1500 \text{ Н}$ , а для получения соединения медных листов площадью  $10 \text{ мм}^2$  может потребоваться только  $400 \text{ Н}$  [31].

Инструмент состоит из сварочного наконечника и наковальни. Инструмент передает ультразвуковую энергию, статическое усилие и служит опорой свариваемым деталям. Обычно сварочный наконечник и контактные поверхности наковальни являются плоскими, в некоторых случаях наконечник может иметь небольшую выпуклую кривизну для изменения характера контактных напряжений [36]. Состояние поверхности сварочного наконечника является одним из важных факторов, влияющих на прочность соединения. Чем прочнее сцепление сварочного наконечника с деталью, тем интенсивнее передача энергии в зону сварки [31, 35].



Как уже было сказано, процесс УЗС редко требует специальных методов очистки соединяемых поверхностей. Тем не менее при сварке должно уделяться внимание контролю состояния и соблюдению стабильных условий чистоты и качества поверхности. Различные условия будут как минимум приводить к изменениям в процессе, например, увеличению времени сварки, и как максимум к изменению качества сварки [35, 56, 132, 133]. Например, в [56] показано, что после УЗС прочность соединений титановых листов в состоянии поставки и подвергнутых шлифовке на абразивной бумаге мало отличалась. Однако для сварки листов в состоянии поставки потребовалась большая энергия по сравнению со шлифованными листами. Предполагается, что более высокая энергия была необходима для разрушения оксидной пленки. Легкость удаления оксидных слоев во время ультразвуковой сварки зависит от отношения твердости оксида к твердости безоксидного металла — более высокие отношения облегчают удаление [33].

#### *1.4.2 Механизм формирования соединения при ультразвуковой сварке*

Вопрос о механизмах образования соединения при УЗС так или иначе затрагивался во многих работах. В основе различных гипотез лежат разнообразные металлофизические явления, наблюдаемые при сварке (рекристаллизация, диффузия, фазовые превращения, образование интерметаллидов и т.д.), которые обусловлены различными свойствами материалов и режимами сварки. Помимо частных гипотез имеются и более общие представления о формировании соединения.

Как правило, авторы выделяют 2-3 этапа в формировании соединения, которые представляют собой непрерывный повторяющийся процесс в течение очень коротких временных интервалов, поэтому их трудно разделить [33, 36, 134]. На начальной стадии процесса усилие сжатия приводит к соприкосновению и пластическому растеканию наиболее высоких микронеровностей на соединяемых поверхностях (рисунок 1.20). Напряжения в их контакте превосходят предел текучести материала в 2-3 раза [36]. Отношение фактической площади касания к полной геометрической площади соприкосновения на этом этапе зависит от усилия сжатия, механических свойств поверхностей, их шероховатости. В работе [135] при УЗС никеля и стали было показано, что при сварке полированных поверхностей можно быстрее получить прочные соединения, с увеличением шероховатости требуется больше времени для достижения достаточной площади контакта.

Включение ультразвуковых колебаний приводит к появлению на соприкасающихся микронеровностях знакопеременных тангенциальных сил, которые при совместном действии с нормальным усилием сжатия ускоряют деформацию микронеровностей, обеспечивают большее сближение поверхностей и появление новых пар соприкасающихся микронеровностей.

Напряжения вызывают трещины в поверхностных оксидных слоях, а также пластическую деформацию в тонком слое металла непосредственно под оксидным слоем. При этом происходит распад оксидных слоев на более мелкие фрагменты, которые рассеиваются вблизи зоны соединения потоком металла. Этот процесс создает атомарно чистые металлические поверхности и приводит их в тесный контакт [33]. На расстоянии от 4 до 5 Å между атомами металла образуются химические связи, и между поверхностями происходит обмен электронами [134].

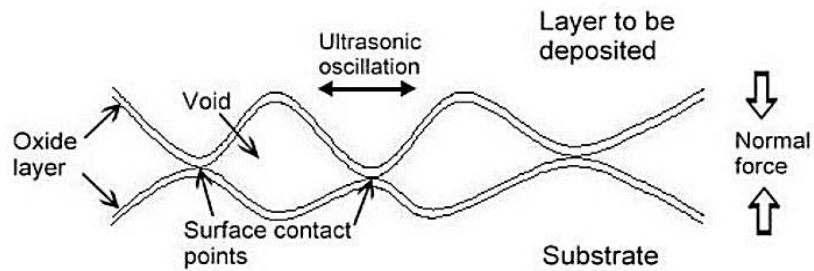


Рисунок 1.20 - Схема контакта соединяемых поверхностей на начальной стадии сварки [33]

Кроме сближения поверхностей необходимым условием схватывания считают создание «активных центров» (дислокаций, вакансий) в приповерхностном слое, а также выход дислокаций на поверхность [36, 134]. Если соединяемые металлы значительно различаются по твердости, формирование активных центров на поверхности более твердого материала занимает больше времени. В результате внутреннего и внешнего трения и пластической деформации в зоне сварки происходит повышение температуры, которое ведет к локальному снижению предела текучести. Это, в свою очередь, усиливает дальнейшую пластическую деформацию и текучесть материалов в зоне сварки.

По мнению автора работы [134], сразу после образования зоны схватывания начинаются взаимодействия между металлами соединяемых поверхностей в зоне шва и в прилегающих областях (подслое). Рядом с пластически деформированными областями на границе раздела существуют упругодеформированные области, вызывающие остаточные напряжения и области с повышенной энергией. Через определенное время остаточные напряжения релаксируют, чему способствуют повышение температуры и знакопеременные напряжения, вызванные ультразвуковыми колебаниями.

По мере развития процесса зоны схватывания расширяются, их количество возрастает до тех пор, пока не произойдет полного или почти полного контакта и соединения поверхностей. Пластическая деформация в местах соединения приводит к выдавливанию металла в пустоты и сближению сопрягаемых поверхностей.

Большинство исследований подтверждает, что УЗС является процессом твердофазного соединения. Однако, в некоторых работах сообщалось, что при УЗС может происходить локальное плавление в тонком слое контактирующих поверхностей [136-138]. В работе [138] предполагается, что высокая концентрация вакансий в результате высокой скорости деформации снижает температуру плавления материала. В [31] отмечено, что плавление может происходить только при сварке разнородных материалов с большой разницей температуры плавления. В этом случае тепла, генерируемого в процессе УЗС, может быть достаточно для плавления более мягкого металла на границе соединения.

Считается, что пластическая деформация и повышение температуры на границе раздела могут обеспечить необходимую движущую силу для рекристаллизации при ультразвуковой сварке. С протеканием динамической рекристаллизации связывали образование в зоне сварки мелкозернистой прослойки при УЗС Al и Cu [34, 41-43, 45-47].

В некоторых работах отводят значительную роль в формировании соединения диффузионным процессам, ускорению которых способствует повышение температуры и увеличение концентрации вакансий вследствие высокой скорости деформации [36, 138, 139]. Другие авторы считают, что сама по себе диффузия вряд ли является доминирующим фактором в процессе формирования соединения, учитывая короткое время процесса [33, 140].

Несколько исследователей рассматривали механическое сцепление как возможный механизм соединения при ультразвуковой сварке [32, 48, 141]. По-видимому, это механизм имеет большее значение при сварке разнородных материалов с различными механическими свойствами. Например, в [32] показано, что при сварке титана с алюминием произошла недостаточная деформация микронеровностей для формирования тесного контакта, вместо этого более мягкий алюминий заполнял микронеровности более твердого титана.

В целом, несмотря на значительное количество структурных исследований, физические принципы формирования соединений при УЗС окончательно не установлены.

#### *1.4.3 Структурные изменения в процессе ультразвуковой сварки*

Исследователи уделяют особое внимание изучению структуры в сварных соединениях с самого начала изобретения УЗС с целью понять механизмы образования соединения, а также установить влияние микроструктуры на прочность соединений. Однако влияние УЗС на структуру различных материалов может сильно отличаться.

В структуре монометаллических соединений Al и Cu при относительно низких энергиях сварки наблюдали тонкий слой с мелкозернистой структурой [34, 41-43, 45-47]. Так, при сварке меди средний размер зерна на границе раздела уменьшился с 20 до 1-2 мкм [41]. Образование мелких зерен авторы связывали с динамической рекристаллизацией, которая происходит за счет

высокоскоростной пластической деформации при относительно невысокой температуре. По мере увеличения энергии наблюдается тенденция к увеличению размера зерен [46, 47]. Например, после УЗС меди с энергией 800 Дж в зоне сварки наблюдали мелкозернистый слой, с увеличением энергии до 1600 Дж структура становилась неоднородной, состоящей из смеси крупных и относительно мелких зерен, а после УЗС с энергией 2400 Дж средний размер зерен в зоне сварки превышал размер зерен в исходном состоянии (рисунок 1.21) [43].

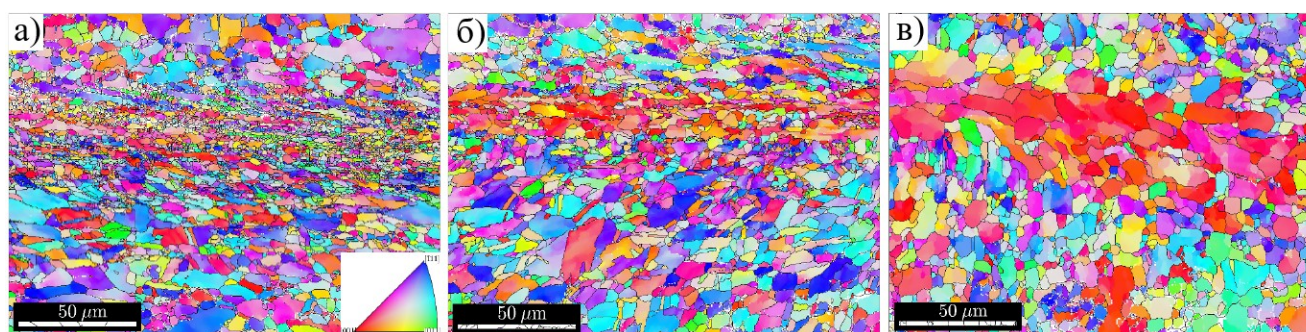


Рисунок 1.21 - Ориентационные карты микроструктуры сварных соединений меди, полученных УЗС с энергией сварки 800 Дж (а), 1600 Дж (б), 2400 Дж (в) [43]

В работе [42] после УЗС с энергией 750 Дж структура алюминиевого сплава 6111 в зоне сварки преимущественно состояла из субзерен и скорее напоминала структуру после возврата. Однако наблюдались зоны с ультрамелкозернистой структурой в областях с высокой локальной деформацией, например, в пределах полос сдвига или вблизи линии соединения.

В работе [41] участки с рекристаллизованными зернами в соединениях меди наблюдались в зоне сварки, в то время как субзерна в основном были расположены вблизи рекристаллизованных зерен, а деформированные зерна находились на некотором удалении от зоны сварки. На основании структурных исследований был сделан вывод, что в менее деформированной области происходит прерывистая динамическая рекристаллизация, а в более деформированной области преобладает непрерывная динамическая рекристаллизация. Такой же вывод был сделан в исследовании соединений сплава  $\text{CoCrFeMnNi}$ , полученных УЗС, где наблюдалась подобная градиентная структура [142].

Также с увеличением энергии сварки в Al и Cu наблюдается изменение формы поверхности раздела в сварном соединении [42, 43, 46, 49]. Так при сварке меди при изменении энергии от 1600 до 2400 Дж поверхность сварного соединения постепенно менялась от плоской до синусоидальной и в конечном итоге превратилась в извилистый волнистый узор [43]. В работах [35, 42] объясняют такой характер пластического течения металла действием тангенциальных сил в зонах схватывания на ранних стадиях формирования шва, что приводит к образованию складок и завихрений. На поздних стадиях формирования соединения авторы

[42] сопоставили периодичность волнообразного узора с шагом зубцов наконечника и связали его формирование с неравномерностью деформации под канавками и зубцами наконечника.

В работах по сварке алюминиевых сплавов с титановым сплавом Ti6Al4V вблизи границы раздела наблюдалось измельчение зерен в алюминиевом сплаве, но не было никаких изменений в размере зерен в сплаве Ti6Al4V (рисунок 1.22) [50, 128]. Авторы отметили лишь небольшую деформацию титанового листа. Температура в зоне сварки достигала примерно 520°C. При этой температуре расчетный предел текучести титанового сплава более чем в 2,5 раза превышает предел текучести алюминиевого сплава. Аналогичную разницу в структуре наблюдали также при сварке алюминиевого сплава со сталью DC04 [143].

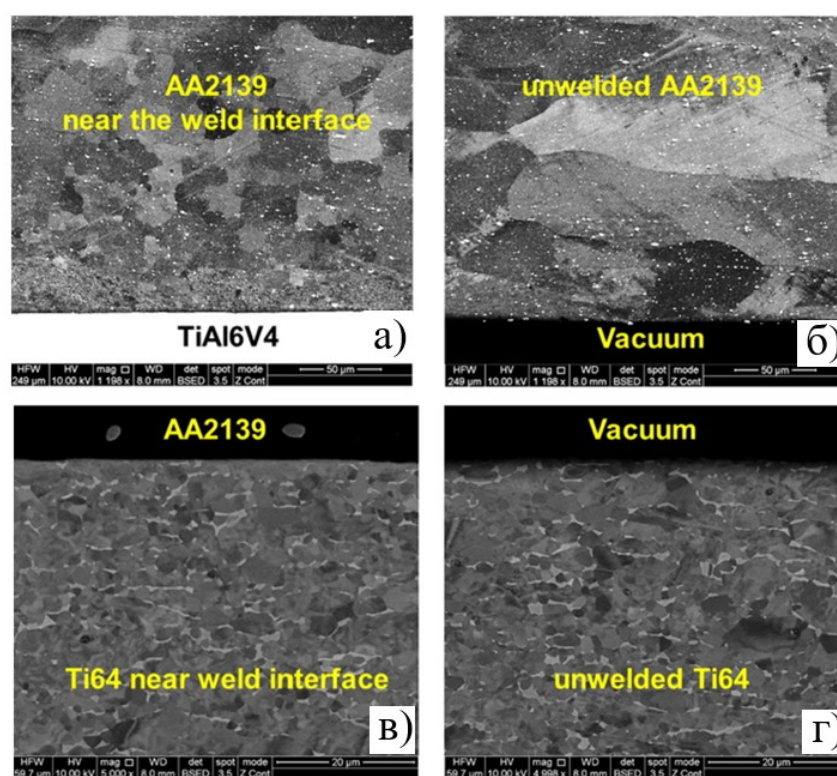


Рисунок 1.22 - Микроструктура алюминиевого сплава AA2139 (а, б) и TiAl6V4 (в, г) вблизи поверхности соединения после УЗС (а, в) и приповерхностной области не сваренного металла (б, г) [128]

В работах [144, 145] после ультразвуковой сварки магниевого сплава AZ31В-Н24 в зоне сварки также не наблюдали измельчения зерен, напротив, структура была полностью рекристаллизованной, причем размер зерен увеличивался с увеличением энергии сварки. Так, если в исходном состоянии средний размер зерна был равен 5,36 мкм, то после УЗС с энергией 1000 Дж он увеличился до 7,8 мкм, а при энергии 3000 Дж – до 10,1 мкм. Максимальная температура в зоне сварки достигала примерно 500°C.

В некоторых работах сообщают о протекании диффузионных явлений в процессе УЗС [36, 138, 139]. Например, в [36] при сварке меди об этом свидетельствует разупрочнение зоны соединения, что, по словам автора, может происходить только в результате диффузии (процесс возврата). В работе [138] авторы заявляют, что высокая скорость деформации значительно ускоряет диффузионные процессы за счет увеличения концентрации вакансий в материалах. Было показано, что высокая скорость деформации ( $\sim 10^3 \text{ с}^{-1}$ ) при сварке Al-Zn привела к увеличению плотности вакансий на 4-5 порядков. Как следствие, по данным энергодисперсионного анализа, коэффициент диффузии Zn в Al увеличился почти на пять порядков по сравнению с его расчетной величиной в нормальных условиях при температуре сварки.

В [140] проводили сравнение соединений листов алюминия, полученных низкочастотной вибрационной сваркой и ультразвуковой сваркой. Обнаружено, что после одинакового количества циклов образовавшиеся сварные соединения имели одинаковую микроструктуру. Исходя из того, что температура при низкочастотной сварке оставалась комнатной, был сделан вывод, что ни диффузия, ни рекристаллизация не имели место и при УЗС.

Диффузия часто приводит к химическим реакциям, которые могут отрицательно сказаться на механических свойствах соединений, например, к образованию хрупких интерметаллидов [51, 143, 146]. Например, при сварке алюминиевого сплава AA6111 и магниевого сплава AZ31-M24 наблюдали слои  $\text{Al}_3\text{Mg}_2$  и  $\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$  [146]. Толщина интерметаллидов увеличивалась с увеличением энергии сварки, а скорость их роста объяснялась усиленной диффузией из-за микротрещин в хрупком реакционном слое.

В соединениях алюминиевых сплавов с TiAl6V4 в работах [50, 128, 147, 148] не было обнаружено появления интерметаллидных фаз. В работах [147, 148] связывали их отсутствие с низкой энергией и длительностью сварки и с высокой энергией активации диффузии Al-Ti. В работе [149] после сварки Al5754-O и Ti-6Al-4V с прослойкой из чистого Al был обнаружен  $\text{TiAl}_3$  в очень узкой области, несмотря на сравнимые энергию и время сварки. Хотя в исследовании термические измерения не проводились, авторы не исключают того, что температура при сварке могла превышать температуру плавления Al.

В работе [44] на основании измерений твердости и данных электронной микроскопии было показано, что сразу после УЗС в зоне сварки алюминиевого сплава AA6111-T4 происходит разупрочнение. Однако за счет естественного старения прочность быстро увеличивается и может превысить прочность исходного материала. Моделирование было использовано для демонстрации того, что большая избыточная концентрация вакансий, вероятно вызванная деформацией с высокой скоростью, может ускорить процесс естественного старения в сварном шве. Авторы цитируемой работы использовали термины «зона термомеханического влияния»

(ЗТМВ) для области соединения между наконечником и наковальней и «зона термического влияния» для области за пределами ЗТМВ, где материал подвергается только тепловому воздействию.

В работе [48] при сварке меди зоной термомеханического влияния называли всю область соединения, подверженную как пластической деформации, так и термическому воздействию, а ее размеры косвенно определяли по изменению микротвердости. В этой работе также была предложена методика оценки качества сварных соединений через характеристики сварного шва, которые могут быть количественно или качественно оценены с помощью микроструктурного анализа и измерений микротвердости. К этим характеристикам авторы относят линейную плотность соединения (отношение общей длины зон фактического схватывания ко всей длине шва в поперечном сечении соединения), предложенную в качестве количественного критерия качества авторами работ [52, 132], а также толщину верхнего листа после сварки (относительная средняя толщина верхнего листа под зубцами наконечника), размер сварной точки (длина сварного шва в поперечном сечении), размер ЗТМВ (рисунок 1.23). В работе обсуждается взаимосвязь перечисленных характеристик с прочностью сварного соединения и определяются критерии качества и выбор оптимальных режимов сварки на примере сварки медных пластин. Например, было показано, что наибольшая прочность достигается при УЗС в течение 0,6 с, когда линейная плотность соединения достаточна, но толщина верхнего листа не уменьшается до такой степени, чтобы значительно снизить механическую прочность (рисунок 1.24).

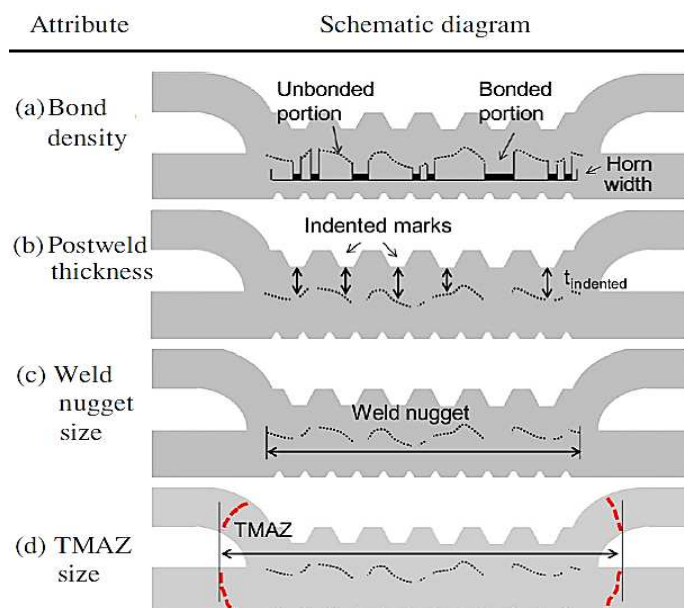


Рисунок 1.23 - Схематическое изображение характеристик сварного соединения [48]

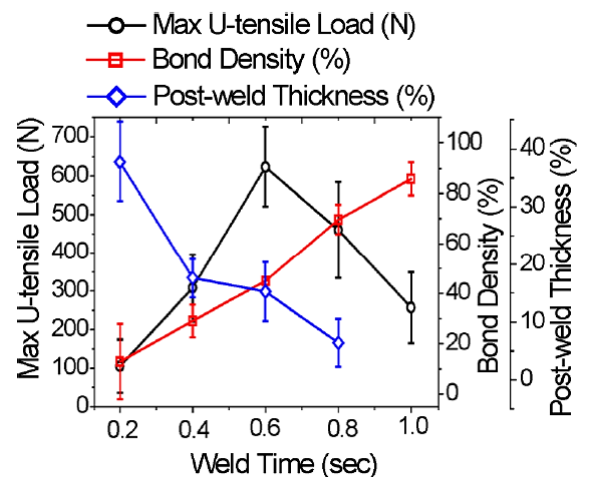


Рисунок 1.24 - Изменение прочности, относительной плотности соединения и толщины верхнего листа с увеличением времени сварки [48]

#### *1.4.4 Прочность соединений, полученных ультразвуковой сваркой*

Проводить сравнение прочностей соединений, полученных УЗС, трудно из-за отсутствия в большинстве случаев данных по удельной прочности соединений (на площадь схватывания) или ее величине по сравнению с характеристиками прочности основного металла. Наиболее важными характеристиками точечных соединений являются прочность на срез и отрыв. Для определения разрушающих усилий, приходящихся на одну сварную точку, многие исследователи осуществляют испытания как на срез, так и на отрыв [41, 53, 56]. В некоторых работах свойства материала сварных швов, такие как предел текучести, определяют путем эмпирических соотношений между прочностью материала и твердостью [48]. Однако в большинстве случаев при определении прочности исходят из разрушающих усилий среза в связи с тем, что при этом виде нагружения имеется наибольшее число результатов испытаний, а их осуществление является предельно простым [38].

Соединения, полученные УЗС и точечной контактной сваркой листов одинаковой толщины, сопоставимы по величине разрушающего усилия среза (и отрыва) сварной точки [35-38]. В обоих случаях прочность сварных соединений считают достаточной, если разрушение происходит с отрывом сварной точки. Однако это не означает, что его удельная прочность равна прочности основного металла [36].

Показано, что прочность соединений растет с увеличением амплитуды ультразвуковых колебаний [53, 150, 151]. При заданных амплитуде и частоте (или подводимой мощности), которые обычно определяются возможностями сварочного оборудования, прочность сварных соединений зависит от величины сжимающего усилия  $P$  и длительности воздействия ультразвука  $\tau$  (соответственно, подведенной энергии при заданной мощности). При увеличении обоих параметров разрушающее усилие обычно увеличивается, достигает максимума, а затем стабилизируется или снова снижается, как было показано при сварке Cu-Cu [41, 43], Al-Al [42, 46, 128], Mg [145], Ti [42, 57], Al-Cu [53, 54], Al-Fe [143, 152], Al-Mg [143, 153], Al-Ti [147], Cu-Mg [154]. Например, в работе [42] исследовали соединения листов алюминиевого сплава 6111 толщиной 0,92 мм, полученные УЗС при энергиях до 1,5 кДж и сжимающих давлениях 31, 40 и 50 МПа. Наибольшая прочность соединения 3,5 кН была достигнута при оптимальных значениях энергии сварки и давления, равных 0,75 кДж и 40 МПа соответственно (рисунок 1.25). При этих параметрах температура в области соединения достигала около 380°C, при которых предел текучести сплава снижается до значения около 14 МПа. В [43] изучали механические свойства сварных соединений медных листов толщиной 0,8 мм при энергии сварки в диапазоне от 200 до 2400 Дж и усилия сжатия 2,35 кН и обнаружили, что усилие разрушения при испытаниях на срез сначала увеличивалось с увеличением энергии сварки, а



затем стабилизировалось на уровне около 4,5 кН. Пиковая температура 450°C была достигнута при самой высокой энергии сварки. В работе [41] исследовали прочность соединений медных листов толщиной 0,3 мм в зависимости от сжимающего усилия. Показано, что при сварке с энергией 700 Дж прочность соединений увеличивалась и, достигнув максимума 1,9 кН при усилии сжатия 1,2 кН, вновь снижалась (рисунок 1.26).

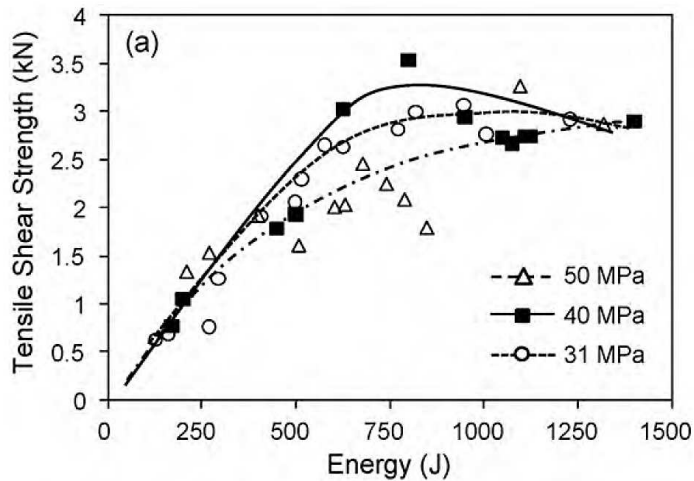


Рисунок 1.25 - Изменение прочности соединений алюминиевого сплава 6111 в зависимости от энергии сварки [42]

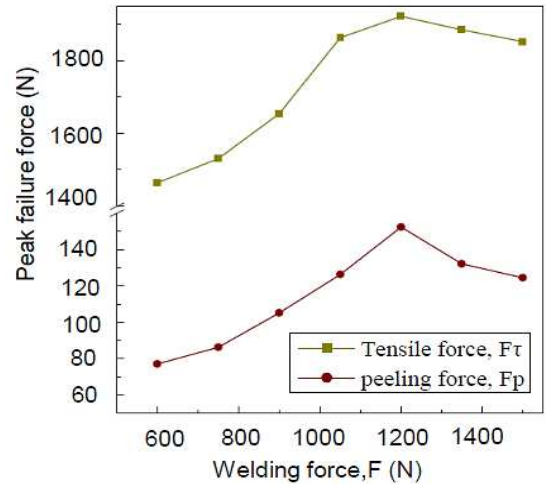


Рисунок 1.26 - Изменение прочности соединений меди в зависимости от усилия сжатия [41]

Увеличение прочности соединения связывают с увеличением площади схватывания, а снижение – со значительным уменьшением толщины листов в сварной точке. Как было показано в [48], баланс этих характеристик обеспечивает наибольшую прочность сварных соединений (рисунок 1.24). Кроме того, на прочность соединения и характер разрушения может повлиять значительное изменение структуры в зоне сварки, например, формирование ЗТМВ [44] или образование интерметаллидов [51, 143, 146].

### 1.5 Выводы по обзору литературы и постановка цели и задач работы

Ультразвуковые волны, распространяясь в объеме отожженных металлов и сплавов, вызывают перемещение и генерацию дислокаций, что может приводить к упрочнению этих материалов [13-15, 71, 73, 78-86, 89]. В предварительно деформированных металлах, напротив, наблюдали уменьшение плотности дефектов и некоторое разупрочнение под действием ультразвука [63-65, 94-97]. Величина релаксационного эффекта зависит от природы металла, степени его упрочнения и амплитуды ультразвуковых колебаний [26, 27, 70, 76, 98, 99].

Возможность частичной релаксации дефектной структуры в деформированных металлах при наложении ультразвука, обнаруженная в конце 80-х годов прошлого века [64], приобрела особую актуальность в настоящее время в связи с получением УМЗ и нанокристаллических материалов методами интенсивной пластической деформации [18, 19]. Для получения в таких материалах высокой прочности и удовлетворительной пластичности часто необходимо понизить внутренние напряжения (обеспечить развитие релаксационных процессов в теле и в неравновесных границах зерен). Использование для этого УЗО представляется весьма перспективным, поскольку не вызывает огрубления микроструктуры в отличие от традиционного отжига.

В связи с этим данные об эволюции неравновесной структуры деформированных нано- и ультрамелкозернистых материалов под воздействием ультразвуковых колебаний с различной амплитудой необходимы для обоснованного выбора условий УЗО, обеспечивающих получение в материале сбалансированных свойств при эксплуатационных и технологических температурах, например, в условиях сверхпластичности.

Не меньший научный и практический интерес представляют данные о структурных изменениях, которые происходят при образовании соединений между тонкими металлическими материалами под одновременным действием сжимающей и высокоскоростной знакопеременной сдвиговой деформации, вызванной высокочастотными колебаниями в процессе ультразвуковой сварки.

Этот способ получения соединений не теряет актуальности с середины прошлого столетия, так как обладает рядом преимуществ по сравнению с другими методами сварки. По мере совершенствования сварочного оборудования и развития методов структурного анализа с каждым годом эта тема пополняется новыми исследованиями, а границы применения УЗС расширяются. Как было отмечено [39], несмотря на обширные исследования, принципы выбора режимов УЗС, а также механизмы образования соединений между металлами и сплавами до сих пор остаются дискуссионными. Большинство исследований посвящены УЗС относительно мягких металлических материалов, таких как алюминий, медь и их сплавы, так как они оказались наиболее легко свариваемыми. В работе [155] исследовали сварные соединения жаропрочных сталей, титановых и никелевых сплавов в различных сочетаниях и пришли к выводу, что с увеличением твердости материала и/или уменьшением отношения предела прочности при растяжении к пределу текучести снижается свариваемость ультразвуком. С другой стороны, авторы [55] предположили, что последние разработки в области ультразвуковых сварочных аппаратов и инструментов могут позволить применить УЗС к этим металлам.

Следует отметить, что в литературе крайне мало работ, посвященных как УЗО, так и УЗС таких широко используемых материалов, как титан и его сплавы.

Титан и его сплавы являются важными конструкционными и функциональными материалами, которые широко используются в аэрокосмической, машиностроительной и энергетической промышленности, медицине и т. д. В УМЗ титановых ( $\alpha+\beta$ )- сплавах наблюдается эффект СПД, в том числе низкотемпературной. Ультразвуковая обработка и получение твердофазных соединений этих материалов методом УЗС, безусловно, могут иметь практическое значение. Это делает исследования по ультразвуковой обработке и сварке титана важной задачей.

На основании обзора литературы была поставлена цель выявить закономерности влияния высокочастотных колебаний различной интенсивности на изменения структуры и механические свойства деформированных сплавов титана при ультразвуковой обработке и сварке.

При выполнении работы решались следующие задачи:

1 Исследовать влияние амплитуды напряжений ультразвука на дефектную структуру и прочность при 20°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°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.

## ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЙ

### 2.1 Материалы исследований

В качестве объектов исследований влияния предварительной УЗО на структуру и свойства при комнатной температуре были выбраны технически чистый титан ВТ1-0, однофазный титановый  $\alpha$ -сплав ВТ5 (Ti-5Al-0,5V) и двухфазный титановый ( $\alpha+\beta$ )-сплав ВТ6 (Ti-6Al-4V). Для УЗС использовали отожженные листы ВТ1-0 толщиной 0,5 мм (ГОСТ 22178-76).

Первая серия экспериментов была выполнена на материале ВТ1-0. Из прутка вырезали диски диаметром 10 мм и толщиной 1 мм, плоскость которых была перпендикулярна оси прутка. Для достижения развитых пластических деформаций в технически чистом титане был выбран метод КВД. КВД проводили со скоростью 2 оборота в минуту под давлением 7 ГПа, количество оборотов - 10.

Следующую серию экспериментов проводили на горячекатаных прутках сплавов ВТ5 и ВТ6, подвергнутых РКУП. Прутки диаметром 20 мм выдерживали 30 мин при 950°C и охлаждали на воздухе. Термообработанные прутки подвергали 6 проходам РКУП в матрице с углом между каналами 120° по маршруту Вс при температуре 600°C с последующей экструзией при температуре 400°C до диаметра поперечного сечения 16 мм, суммарная деформация составила  $e_{\Sigma} \approx 4$ .

### 2.2 Методы объемной ультразвуковой обработки

Принципиальная схема УЗО изображена на рисунке 2.1. Электрические колебания поступают от генератора 1 к преобразователю 2, который преобразует электрические колебания в механические. Преобразователь может быть пьезокерамическим или магнитострикционным. Колебания находятся в резонансе, когда частота электрического сигнала равна собственной частоте преобразователя. Преобразователь вибрирует с амплитудой 10-15 мкм. Для получения колебаний с более высокими амплитудами используется концентратор 3, который усиливает и передает вибрацию на присоединенный к нему образец 4. Для исследований обычно используют полуволновой цилиндрический образец, один конец которого с помощью резьбы жестко прикрепляют к преобразователю, и вся колебательная система работает на резонансной частоте. Амплитуда смещений вдоль образца длиной  $l=\lambda/2=c/2f$  изменяется по соотношению

$$\xi(x) = \xi_0 \cos kx, \quad (2.1)$$

где  $\xi_0$  – максимум амплитуды смещений на концах образца,  $k=2\pi/\lambda$  и  $x$  — расстояние от конца стержня, прикрепленного к концентратору (рис. 2.1). Тогда амплитуды нормальной упругой деформации и напряжения будут рассчитываться, соответственно, как  $\varepsilon(x)=|d\xi(x)/dx|$  и, в соответствии с законом Гука,  $\sigma(x)=E\varepsilon(x)$ , где  $E$  – модуль Юнга металла:

$$\varepsilon(x) = \varepsilon_0 \sin kx, \quad \varepsilon_0 = k\zeta_0, \quad (2.2)$$

$$\sigma(x) = \sigma_0 \sin kx, \quad \sigma_0 = Ek\zeta_0. \quad (2.3)$$

Замерив смещение на одном из концов полуволнового стержня, легко рассчитать значения амплитуд, напряжений и деформаций в любой точке образца. Видно, что в середине стержня смещения равны нулю, а напряжения максимальны (рисунок 2.1).

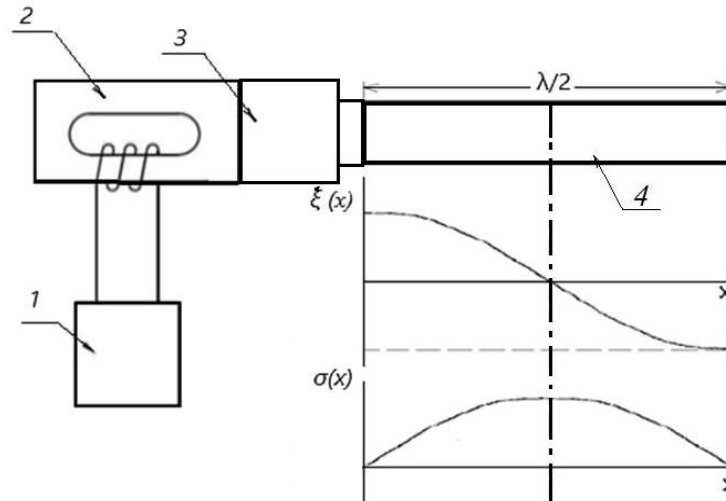


Рисунок 2.1 - Схема УЗО полуволновых цилиндрических образцов: 1 -ультразвуковой генератор, 2 – преобразователь, 3 – концентратор, 4 - образец; и распределение амплитуд смещений и напряжений по длине образца

Для концентрации звуковой энергии используют стержни переменного сечения. По форме образующей концентраторы подразделяются на конусные, экспоненциальные, катеноидальные и ступенчатые и др. [64, 156]. На основе ампульного концентратора нами впервые была предложена и рассчитана схема инструмента переменного сечения, позволяющая обеспечить равномерное воздействие ультразвуковых напряжений по значительной (до 50-60 мм) длине цилиндрических образцов [157]. Однако, в данной работе она не использовалась из-за сложности ее изготовления. Во всех экспериментах были использованы ступенчатые концентраторы (см. 3 на рисунке 2.1).

Для исследования влияния УЗО на микроструктуру и микротвердость технически чистого титана после кручения под высоким давлением, применялась схема УЗО, приведенная на рисунке 2.2а. В этом случае также основными составляющими установки являются ультразвуковой генератор (в данном случае УЗГ-10 производства ООО «Ультра-резонанс») и преобразователь (магнитострикционный преобразователь ПМС-15А-18). Вместо полуволнового образца в этой схеме используется полуволновой сварочный волновод из стали 45, в который вставляется обрабатываемый образец. Все компоненты вместе составляют

единую колебательную систему, имеющую резонансную частоту 20 кГц. Образец (обозначен цифрой 5 на рисунке 2.2) плотно зажат прижимным цилиндром внутри отверстия стального волновода, имеющего длину 127 мм, равную половине длины волны при данной частоте. Такая схема позволяет осуществлять ультразвуковую обработку образцов в виде тонких дисков. При этом требуется осуществление плотного акустического контакта между образцом и инструментом. Эта схема ранее использовалась нами для УЗО никеля, подвергнутого КВД, в работах [98, 99]. В данной работе образцы титана ВТ1-0 подвергали УЗО с амплитудами напряжений 40, 60 и 80 МПа в течение 60 с. Больших амплитуд не удастся достичь из-за неидеального акустического контакта между инструментом и образцами и интенсивного нагрева волновода при проведении УЗО.

Подобная схема была применена и в исследовании влияния объемной УЗО на структуру и свойства сплавов ВТ5 и ВТ6, подвергнутых РКУП (рисунок 2.2б). Однако в этом случае заготовки для УЗО, полученные после РКУП, имели цилиндрическую форму и также, как и в первой схеме (рисунок 2.2а), располагались в центре полуволнового инструмента и плотно зажимались прижимным цилиндром. Такая схема позволяет обработать ультразвуком образцы стандартизированных размеров для дальнейших испытаний на растяжение.

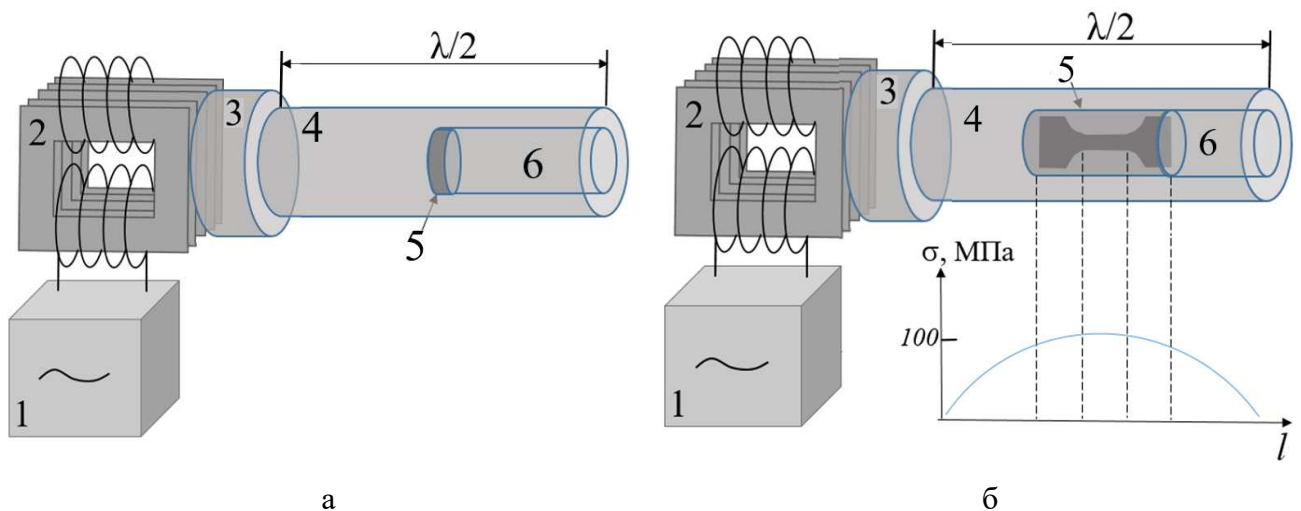


Рисунок 2.2 - Принципиальная схема ультразвуковой обработки дисковых (а) и цилиндрических (б) заготовок: 1 – ультразвуковой генератор; 2 – преобразователь; 3 – концентратор; 4 – волновод; 5 – образец; 6 – прижимной цилиндр; и распределение амплитуд напряжений УЗО вдоль волновода

В данной работе из прутков, подвергнутых РКУП, вырезались заготовки длиной 40 мм, которые были подвергнуты УЗО с амплитудой осциллирующих напряжений сжатия-растяжения 100 МПа, которая является максимально достижимой при использовании данного

экспериментального оборудования и инструмента. Длина заготовок была выбрана таким образом, чтобы распределение амплитуды напряжений при УЗО было наиболее равномерным по длине рабочей части образцов, которые впоследствии вырезались из заготовок для испытаний на растяжение.

### 2.3 Метод ультразвуковой сварки

Перед проведением УЗС из листов титана ВТ1-0 толщиной 0,5 мм вдоль направления прокатки вырезали пластины шириной 20 мм и длиной 40 мм. Соединяемые поверхности были отшлифованы на абразивной бумаге Р40 и Р220 и промыты изопропиловым спиртом.

УЗС проводили на экспериментальной установке, схема которой представлена на рисунке 2.3. Ультразвуковой генератор преобразует электрическую энергию сети в высокочастотную электрическую энергию. Ультразвуковой преобразователь с резонансной частотой 20 кГц обеспечивает преобразование подводимой электрической энергии в низкоамплитудные механические колебания. Волновод передает ультразвуковые колебания с амплитудой 20 мкм к соединяемым заготовкам, зажатым между сварочным наконечником и жесткой наковальней. Сварочный наконечник размерами 5 мм × 6 мм с зубчатой поверхностью, состоящей из семи параллельных зубьев, совершал колебания в плоскости листов перпендикулярно направлению прокатки. Сжимающее усилие ( $P$ ), приложенное к узлу смещений волновода, варьировали от 5 до 7 кН, длительность ультразвукового воздействия ( $\tau$ ) составляла 2 и 3 с.

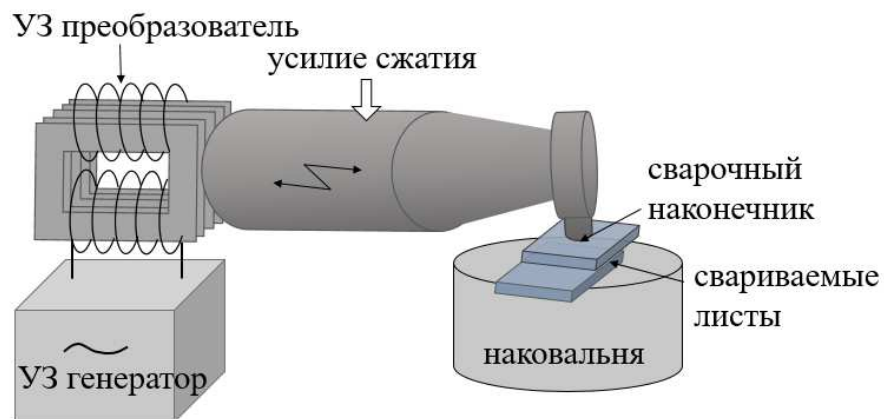


Рисунок 2.3 - Принципиальная схема ультразвуковой сварки

## 2.4 Методы микроструктурного анализа

### 2.4.1 Подготовка образцов

Образцы для структурных исследований вырезались на электроэрозионных станках А-207 и АРТА-120. Для исследований в оптическом и растровом электронном микроскопах, а также для EBSD исследований, образцы предварительно шлифовались на абразивной бумаге с постепенным уменьшением зернистости от P120 до P2000 и полировались механически на коллоидной суспензии с размером зерна 0,05 мкм, затем промывались в спирте и ацетоне.

### 2.4.2 Металлографические исследования

Макроструктуру исследовали на оптических микроскопах Zeiss-Axiovert и Olympus GX-51 (для сварных соединений, полученных УЗС, с использованием поляризованного света), а также при малых увеличениях до 200 крат растрового микроскопа Mira-3 Tescan в режиме обратно рассеянных электронов (BSE - back scattered electrons).

### 2.4.3 Растровая электронная микроскопия

Микроструктурные исследования выполняли на растровом электронном микроскопе Mira - 3 Tescan в режимах вторичных электронов (SE – secondary electrons) и/или обратно рассеянных электронов (BSE) при ускоряющем напряжении 20 кВ. Диапазон увеличений варьировался от 200 до 20000 крат.

Ориентационный анализ микроструктуры проводили с использованием метода дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD - electron backscatter diffraction) на растровом электронном микроскопе Mira - 3 Tescan с приставкой OXFORD HKL с помощью программы Flamenco, входящей в программный пакет CHANNEL-5. Анализ и обработку данных выполняли с помощью программ Tango и Mambo программного пакета CHANNEL-5. Оптимальные режим накопления данных и количество Кикучи-линий определялись типом решаемой задачи с учетом рекомендаций [158]. Качество карт во всех случаях считали удовлетворительным, если количество индексированных точек было не менее 80% при не менее 4-5 Кикучи-линиях. Шаг сканирования зависел от типа исследуемой структуры и варьировался от 0,05 до 1 мкм. Полученные карты подвергались корректировке: нерешенным точкам последовательно присваивалась ориентация большинства соседних решенных точек с постепенным уменьшением их количества с 8 до 3. На завершающем этапе единичные нерешенные точки, с отличной от соседей ориентировкой, удалялись. При анализе карт разориентировки менее 2° не учитывали поскольку точность определения ориентировки составляет примерно 1°, границы с разориентировками от 2 до 15° считали малоугловыми. Границы с разориентировками более 15° считали большеугловыми. За «зерно» принимали фрагмент площадью не менее 5 точек.



#### 2.4.4 Просвечивающая электронная микроскопия

Тонкую структуру образцов исследовали методом просвечивающей электронной микроскопии с помощью электронного микроскопа JEM 2000EX при ускоряющем напряжении 160 кВ. Заготовки механически утонялись до толщины 150-200 мкм и затем подвергались струйной электрохимической полировке на приборе TenuPol в электролите 60% метанола + 35% бутанола + 5% хлорной кислоты при напряжениях  $U=25-30$  В, силе тока  $I=30-40$  мА и температуре  $T=-35^{\circ}\text{C}$ .

#### 2.4.5 Рентгеноструктурный анализ

Рентгеноструктурный анализ выполняли на дифрактометре ДРОН-4 в  $\text{CuK}\alpha$  излучении при напряжении 40 кВ и токе 30 мА. Съемку осуществляли методом пошагового сканирования (с шагом  $0,1^{\circ}$  и временем экспозиции 3 с) с фокусировкой по Бреггу – Brentano с щелями Соллера на первичном пучке и графитовым кристалл - монохроматором на дифрагированном пучке.

Полученные данные обрабатывались методом полнопрофильного анализа [159] в программе “MAUD” (Materials Analysis Using Diffraction), в которой рассчитывали значения среднеквадратичной микродеформации кристаллической решетки ( $\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$ ), а также размер областей когерентного рассеяния (ОКР).

#### 2.4.6 Метод аннигиляции позитронов

В методе аннигиляции позитронов используется источник, который излучает позитрон вторичный  $\gamma$ -квант с энергией 1,274 МэВ. Появление ядерного  $\gamma$ -кванта регистрируется детектором и является сигналом «старт». В качестве источника позитронов использовался радиоизотоп  $\text{Na}^{22}$  с активностью 1 МБк, нанесенный на майларовую фольгу толщиной 2 мкм. Попадая в исследуемый материал, позитрон аннигилирует с электронами вещества, что сопровождается появлением двух  $\gamma$ -квантов с энергией 0,511 МэВ, один из которых регистрируется детектором и является сигналом «стоп». Суть метода состоит в измерении интервала времени между двумя этими событиями. Регистрируемые детекторами импульсы применяются в качестве точек начала и конца отсчета времени жизни позитрона. Далее полученные значения времени жизни записываются в спектр, где по оси ординат – интенсивность ( $I$ ), а по оси абсцисс – время жизни ( $\tau$ ). Спектроскопия времени жизни позитронов позволяет выявлять временные компоненты, связанные с дефектами разного типа, и по длительности соответствующей компоненты идентифицировать тип дефекта, а по интенсивности компоненты определять соответствующую ему плотность. Спектр является суперпозицией нескольких спектров с различными временами жизни и может быть представлен в виде:

$$N(t) = \int R(t, t_1) \sum_{i=1}^n A_i \exp\left(-\frac{t_1}{\tau_i}\right) dt_1, \quad (2.4)$$

где  $R(t, t_1)$  - приборная функция установки;  $n$  - число компонент в спектре;  $\tau_i$  - время жизни позитронов в веществе;  $A_i$  - доля позитронов с этим временем жизни.

Для измерения времени жизни позитронов использовался цифровой спектрометр, описанный в [160], с временным разрешением 145 пс. В каждом спектре накапливалась общая статистика  $10^7$  событий аннигиляции позитронов. Разложение времени жизни позитрона на отдельные составляющие выполнялось с помощью программы PLRF [161].

#### 2.4.7 Количественный анализ микроструктуры

В титане ВТ1-0 после КВД считали средний размер фрагментов по ПЭМ-изображениям методом случайных секущих [162]. Количественный анализ микроструктуры проводили в соответствии с требованиями ГОСТ 21.073.0-75 и ASTM E112-10.

В сплаве ВТ5 по изображениям микроструктуры определяли толщину  $\alpha$ -пластин. В сплаве ВТ6 определяли величины структурных составляющих и фазовый состав. Измерение величин структурных составляющих проводили методом направленных секущих [162]. Для определения размеров первичных  $\alpha$ -зерен в сплаве ВТ6 на изображения микроструктуры (не менее 3), снятой при увеличении 1000 крат, наносили не менее 17 секущих в каждом направлении вдоль и поперек оси ориентации и считали количество пересечений секущих с границами зерен первичной  $\alpha$ -фазы. Аналогично определяли размеры кристаллов вторичной  $\alpha$ -фазы и  $\beta$ -частиц в сплаве ВТ6, а также  $\alpha$ -пластин в сплаве Ti-5Al-0,5V, но при увеличении 2000 крат. Относительная погрешность определения средних величин структурных составляющих не превышала 10% при доверительной вероятности 90%.

Фазовый анализ образцов ВТ6 проводили точечным методом Глаголева (методом «сетки») [162]. Для определения доли первичной  $\alpha$ -фазы на BSE-изображения с увеличением 1000 крат, накладывали сетку с шагом 10 мкм и считали количество узлов сетки, попавших на интересующую нас фазу. Для каждого состояния было выбрано по девять полей зрения, равномерно и случайно распределенных по площади шлифа, плоскость шлифа параллельна оси прутка. Для определения доли  $\beta$ -фазы на изображения микроструктуры, снятой с увеличением 5000 крат, накладывали сетку с шагом 1 мкм и считали количество узлов сетки, попавших на частицы  $\beta$ -фазы. Для каждого состояния было выбрано по шесть полей зрения, равномерно и случайно распределенных по площади шлифа, плоскость которого параллельна оси прутка. Доля узлов сетки, попавших на определенную структурную составляющую, от их общего числа соответствует объемной доле этой составляющей согласно принципу Кавальери-Акера [162]. Погрешность средней величины во всех случаях не превышала 10% при доверительной вероятности 90%.

По данным EBSD-анализа в сплавах ВТ5 и ВТ6 после выдержки при 600°C определяли доли МУГ и БУГ и строили распределения зерен по размерам. За размер зерна принимался эквивалентный диаметр (диаметр круга, площадь которого равна площади плоского сечения зерна). Количественный анализ микроструктуры проводили в соответствии с требованиями ГОСТ 21.073.0-75 и ASTM E112-10. Проанализировано не менее 8 полей зрения, на которых находилось не менее 50 зерен. Статистическую погрешность измерения среднего размера зерна рассчитывали с доверительной вероятностью 90%.

По результатам PCA грубо оценивалась плотность дислокаций по микродеформации по формуле  $\rho=2(3\varepsilon^2)^{1/2}/Db$  [163], где  $D$  — средний размер кристаллитов,  $b$  — вектор Бюргерса дислокаций. Для последнего было принято значение для дислокаций <a>-типа, т. е.  $b = 2,95 \text{ \AA}$  [164].

В сварных соединениях, полученных УЗС, по данным EBSD-анализа определяли размеры зерен (эквивалентный диаметр), доли МУГ и БУГ и строили спектры распределения зерен по размерам и БУГ по углам разориентировки, а также с помощью программы Mamba строили прямые полюсные фигуры и распределения некоторых ГЗ по осям разориентировки. По BSE-изображениям в сварных соединениях, полученных УЗС, определяли линейную плотность  $p$  и деформацию сжатия листов  $\varepsilon$ . Линейную плотность сварного соединения определяли по формуле:  $p=100 \times l/L$  [48], где  $l$  - длина бездефектного соединения, измеренная при 500-кратном увеличении микроскопа,  $L=6$  мм - длина сварного наконечника. Величину максимальной деформации сжатия листов оценивали как  $\varepsilon=100 \times (h_0-h_{min})/h_0$ , где  $h_0$  толщина исходного листа и  $h_{min}$  – наименьшая толщина приваренного листа; величины  $h_0$  и  $h_{min}$  измеряли при 200-кратном увеличении микроскопа.

## 2.5 Измерение микротвердости

Измерения микротвердости по Виккерсу проводили в соответствии с требованиями ГОСТ 2999–75. Среднее значение микротвердости в точке во всех случаях определяли по результатам не менее 5 измерений с доверительной вероятностью 95%.

Для измерения микротвёрдости образцов ВТ1-0 использовали установку Axiovert100А с приставкой МНТ-10 при нагрузке 2 Н. Поскольку микротвердость образца, подвергнутого КВД, как правило, различна в центре и на периферии, что в первую очередь связано с неоднородностью распределения деформации, измерение проводили в центре и на расстоянии 2,5 мм от центра (половина радиуса). Микротвердость сплава ВТ5 измеряли на приборе ИТВ-1-АМ при нагрузке индентора 3 Н. Измерения микротвердости сплава ВТ6 проводили на микротвердомере Duramin-1/2 с нагрузками от 0,1 до 5 Н в зависимости от размеров структурной составляющей.

Микротвердость сварных соединений, полученных УЗС, измеряли в середине поперечного сечения по линии, перпендикулярной шву, с шагом 0,05 мм. Измерения проводились на приборе ИТВ-1-АМ при нагрузке 0,1 Н. Время экспозиции при всех измерениях составляло 10 с.

## 2.6 Механические испытания

### 2.6.1 Испытания на растяжение

Испытания на растяжение при комнатной температуре плоских образцов сплавов ВТ5 и ВТ6 с размерами рабочей части  $l_0=10$  мм,  $a_0=3,4$  мм,  $b_0=1,5$  мм проводили на испытательной машине Instron 5982 со скоростью 1 мм/мин в соответствии с ГОСТ 1497-84. По результатам испытаний строили графики истинное напряжение-истинная деформация и определяли предел прочности. 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. Для каждого состояния испытывали не менее трех образцов. По результатам испытаний определяли относительное удлинение до разрыва  $\delta$ , истинное напряжение  $\sigma$  и истинную деформацию  $e$  на стадии равномерного удлинения, коэффициент чувствительности напряжения к скорости деформации  $m$ . Коэффициент  $m$  определяли из наклона кривых  $lg\sigma - lge$  при степени деформации  $e=0,05$  по формуле  $m = \frac{dlg\sigma}{dlge}$  [21].

### 2.6.2 Испытания сварных соединений

Усилия разрушения сварных соединений определяли в соответствии с рекомендациями ГОСТ 6996-66. Для этого образцы шириной 20 мм, длиной 85 мм и площадью нахлеста 15 мм × 20 мм подвергали испытаниям на срез путем растяжения при комнатной температуре со скоростью движения траверсы 1 мм/мин на приборе Instron 5982, прикладывая нагрузку в направлении длинной оси сваренного образца. Результаты усреднялись по трем образцам с измерением пиковой нагрузки, а стандартное отклонение принималось за ошибку измерения.

## 2.7 Измерение температуры при ультразвуковой сварке

Для измерения температуры использовали термопару К-типа (хромель-алюмель) толщиной 0,5 мм, изготовленную и откалиброванную в НПП «Элемер» (г. Зеленоград, Россия). Термопару помещали между свариваемыми листами в центре сварной точки параллельно направлению колебаний. Положение термопары фиксировалось силой прижима. Процесс УЗС в этом случае проводился так же, как и для всех остальных образцов. Запись электродвижущей силы с термопары проводилась с помощью милливольтметра с шагом 0,01 с. Пересчет

напряжения в милливольтгах на градусы Цельсия проводили по стандартной градуировочной таблице ГОСТ 3044 - 84.

## 2.8 Компьютерное моделирование

Молекулярно-динамическое моделирование было выполнено с использованием программы LAMMPS [165]. Для описания взаимодействия между атомами использовался стандартный многочастичный потенциал типа Финниса-Синклера для титана [166]. Параметры решетки, воспроизводимые потенциалом, составляли  $a = 2,965 \text{ \AA}$  и  $c = 4,721 \text{ \AA}$ . Для моделирования были выбраны бикристаллы  $\alpha$ -Ti (ГПУ-решетка), содержащие симметричные границы с осями наклона  $[1\bar{1}00]$  и  $[0001]$ . Неравновесная структура границы зерен создавалась введением диполя клиновых дисклинаций по схеме, предложенной ранее в работах [67, 116, 167]. К бикристаллам прикладывалось до десяти циклов синусоидальной нормальной деформации вдоль оси  $x$   $\varepsilon = \varepsilon_0 \cdot \sin(2\pi t/\tau)$  с периодом  $\tau = 160$  пс при  $T = 0 \text{ K}$  и  $300 \text{ K}$ . Амплитуда деформации  $\varepsilon_0$  варьировалась в диапазоне от 0,5 до 5%. Анализ и визуализация структур были выполнены с помощью программы OVITO [168].

### ГЛАВА 3. ВЛИЯНИЕ УЛЬТРАЗВУКОВОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ И ПРОЧНОСТНЫЕ СВОЙСТВА ТИТАНА И ЕГО СПЛАВОВ

Использование ультразвука для снижения внутренних напряжений и повышения термической стабильности структуры металлов и сплавов, подвергнутых интенсивной пластической деформации, представляет особый интерес, поскольку такая обработка может повысить пластичность наноструктурированных материалов при сохранении их прочности при температурах эксплуатации [28-30, 63, 169] и обеспечить высокую технологическую пластичность. Однако экспериментальные данные о влиянии УЗО на структуру и свойства сильнодеформированных металлов и сплавов с гексагональной плотноупакованной решеткой крайне ограничены и противоречивы. УЗО с амплитудами сдвиговых напряжений 65-80 МПа приводила к релаксации внутренних напряжений как в наноструктурированном титане, так и в сплавах на основе цирконии, повышала термическую стабильность сплавов при температурах  $(0,32-0,35) \times T_{пл}$ , однако при этом прочность титана повышалась [30], а сплавов циркония – снижалась [28, 29].

В данной главе представлены результаты исследования влияния УЗО с амплитудами напряжений до 100 МПа на дефектную структуру и прочностные свойства технически чистого титана ВТ1-0,  $\alpha$ -сплава ВТ5 и  $(\alpha+\beta)$ -сплава ВТ6, подвергнутых ИПД. Выполнена оценка влияния УЗО на термическую стабильность УМЗ структуры в легированных сплавах титана при нагреве до 600°C и на свойства сплава ВТ6 при той же температуре. Результаты, представленные в данной главе, опубликованы в работах [170-177].

#### **3.1 Влияние ультразвуковой обработки на дефектную структуру и прочность титановых сплавов при комнатной температуре**

##### *3.1.1 Микроструктура и прочностные свойства сплава ВТ1-0, подвергнутого кручению под высоким давлением и ультразвуковой обработке*

Первая серия экспериментов была выполнена на образцах сплава ВТ1-0, подвергнутых КВД. В результате кручения в дисках была получена УМЗ-структура, которая состояла из разориентированных фрагментов/кристаллитов размерами около 250 нм с высокой плотностью дислокаций (рисунок 3.1а). Часть образцов титана после кручения подвергли УЗО с амплитудами напряжений 40, 60 и 80 МПа в течение 60 с. Для УЗО тонких дисков использовали схему, представленную на рисунке 2.2а и описанную в главе 2. После УЗО значимых отличий в размерах кристаллитов и их дислокационном строении методами ПЭМ выявить не удалось (рисунок 3.1б). Попытки получить карты микроструктуры методом дифракции обратно рассеянных электронов оказались безуспешными: из-за высоких внутренних напряжений в

материале количество индексированных точек было недопустимо малым для дальнейшего анализа. Для интегральной оценки размеров областей когерентного рассеяния, уровня внутренних напряжений и плотности дислокаций был применен РСА. Полученные результаты, представлены в таблице 3.1. Из этих данных следует, что систематических и значимых различий размеров ОКР, среднеквадратичных микродеформаций и плотности дислокаций до и после УЗО этим методом не зафиксировано. В то же время, результаты измерения микротвердости образцов (рисунок 3.2) обнаруживают некоторое ее снижение на расстоянии 2,5 мм от центра диска (на середине радиуса) после УЗО с амплитудами колебаний напряжений в диапазоне от 40 до 80 МПа. Однако это снижение не превышает 10% и близко к величине погрешности измерений.

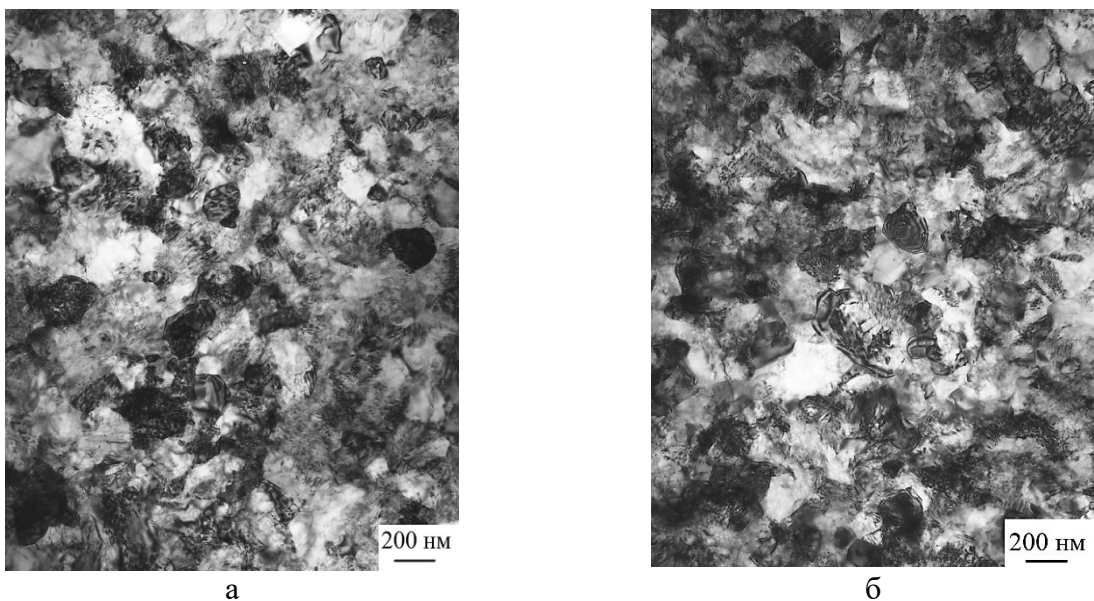


Рисунок 3.1 - Микроструктура образцов сплава ВТ1-0, подвергнутых КВД, до (а) и после УЗО 80 МПа (б)

Таблица 3.1 - Результаты РСА образцов ВТ1-0 после КВД и последующей 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	$83,6 \pm 0,7$	$14,9 \pm 0,5$	$2,1 \times 10^{14}$

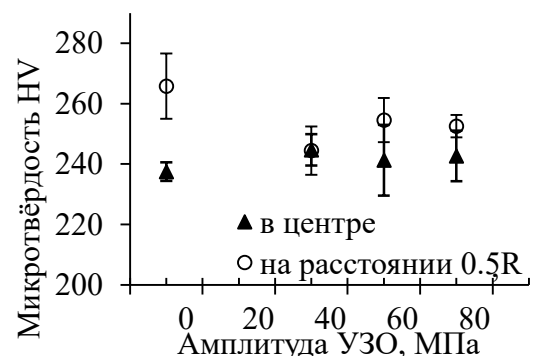


Рисунок 3.2 - Зависимость микротвердости сплава ВТ1-0, подвергнутого КВД, от амплитуды УЗО

В отличие от результатов, опубликованных в работе [30], согласно которым воздействие УЗО с амплитудой 65 МПа приводило к заметному снижению внутренних напряжений и перестройке дислокационной структуры прокатанного титана, выполненные эксперименты не выявили значимого влияния УЗО с амплитудами напряжений от 20 до 80 МПа на изменения в дислокационной структуре образцов сплава ВТ1-0, подвергнутых КВД. Такой результат мог быть обусловлен отличием методов получения УМЗ структуры (КВД в настоящей работе и прокатка в работе [30]).

Последующие исследования проводили на сплавах титана, в которых УМЗ структуру получали методом РКУП, поскольку такие материалы имеют большую практическую значимость. Размеры прутков, полученных РКУП, позволяют проводить испытания образцов на растяжение в соответствии с рекомендациями ГОСТ 1497-84 и исследовать термическую стабильность микроструктуры, не опасаясь существенного окисления металла. Кроме того, эти образцы являются более удобными для осуществления объемной УЗО.

### *3.1.2 Влияние ультразвуковой обработки на структуру и прочностные свойства при комнатной температуре сплава ВТ6, подвергнутого равноканальному угловому прессованию*

Для выполнения экспериментов были приобретены прутки ( $\alpha+\beta$ )-сплава ВТ6 после РКУП по режиму, описанному в главе 2, раздел 2.1. УЗО прутков выполняли по схеме, показанной на рисунке 2.2б и описанной в главе 2, с амплитудами напряжений от 20 до 100 МПа.

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 3.3).

Структурная неоднородность четко выявляется и при исследованиях методами ПЭМ: наряду с кристаллитами размерами до 100 нм, наблюдаются сравнительно крупные (размерами 1-3 мкм) фрагменты  $\alpha$ -фазы (рисунок 3.4). Как до, так и после УЗО в обеих структурных составляющих наблюдается высокая плотность дислокаций и их скоплений.



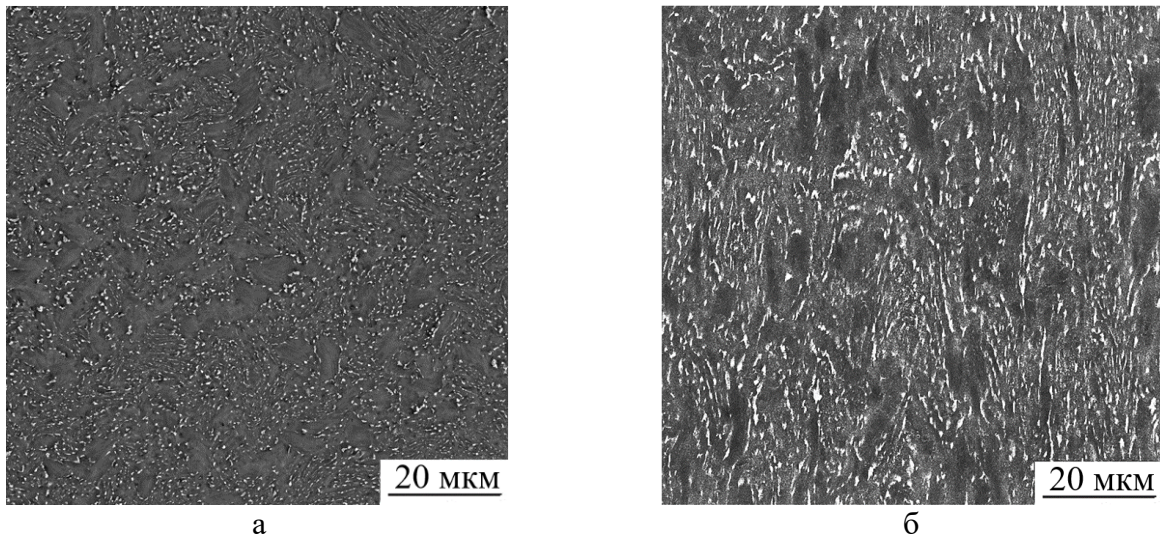


Рисунок 3.3 - BSE-изображения микроструктуры сплава ВТ6, подвергнутого РКУП, в поперечном (а) и продольном сечениях прутка (б) [170, 171]

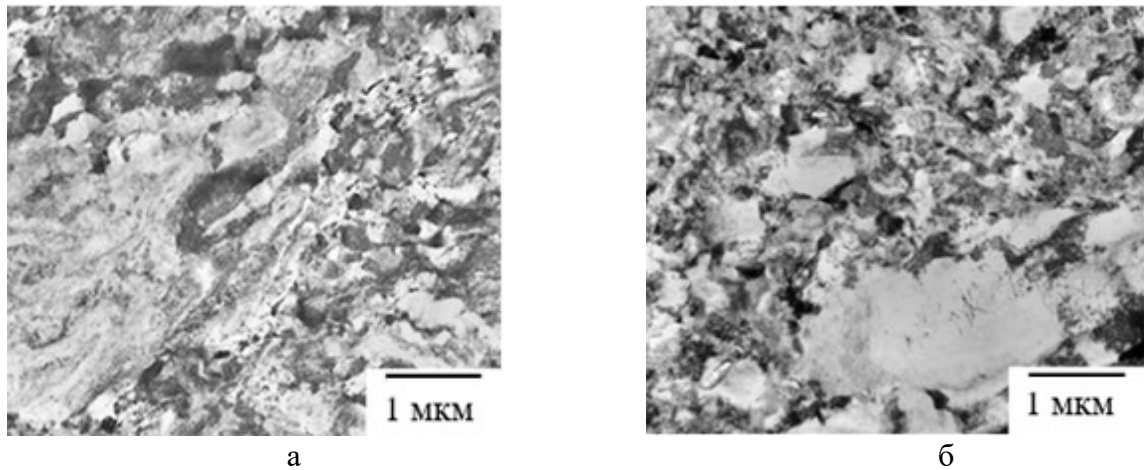


Рисунок 3.4 - ПЭМ-изображения микроструктуры сплава ВТ6 после РКУП (а) и РКУП+УЗО 100 МПа (б) [170, 173]

В двухфазном сплаве титана ВТ6 достоверно оценить размеры ОКР, величины внутренних микронапряжений и плотности дислокаций методом рентгеноструктурного анализа нам не удалось. Имеющееся в распоряжении программное обеспечение не позволило разделить вклады в уширение линий спектра связанные с дефектностью структуры и с наложением линий от плоскостей  $\alpha$ - и  $\beta$ -фаз с близкими межплоскостными расстояниями:  $\alpha(00.2)$  и  $\beta(101)$ ,  $\alpha(10.3)$  и  $\beta(112)$ ,  $\alpha(00.4)$  и  $\beta(202)$ ,  $\alpha(10.4)$  и  $\beta(103)$ ,  $\alpha(21.1)$  и  $\beta(222)$ ,  $\alpha(10.5)$  и  $\beta(213)$ ,  $\alpha(21.3)$  и  $\beta(004)$ .

Влияние амплитуды напряжений УЗО на прочностные свойства прессованных прутков сплава ВТ6 оценивали по результатам измерения микротвердости и испытаний на растяжение при комнатной температуре.

Микротвердость измеряли в поперечных сечениях прутков. Поскольку микроструктура сплава ВТ6 неоднородна и состоит из первичных  $\alpha$ -зерен и смеси субмикронных кристаллов вторичной  $\alpha$ -фазы и  $\beta$ -частиц, были проведены измерения микротвердости в каждой из структурных составляющих. Для этого варьировали нагрузку, прикладываемую к алмазной пирамидке твердомера. Отпечаток пирамидки располагался в пределах кристаллов первичной  $\alpha$ -фазы при нагрузке 0,1 Н (10 г), попадал на участок смеси субмикронной кристаллов – при нагрузке 0,5 Н (50 г), а при использовании нагрузки 5 Н (500 г) отпечаток «накрывал» все структурные составляющие, что позволило оценить микротвердость материала в целом (рисунок 3.4). На рисунке 3.5 приведены результаты выполненных измерений. Видно, что во всех случаях значения микротвердости колеблются в пределах статистической ошибки измерений, то есть этот метод оценки свойств оказался структурно нечувствительным.

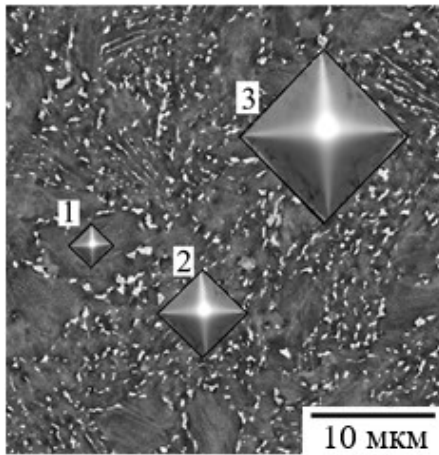


Рис. 3.4 - Схема индентирования: 1 - первичной  $\alpha$ -фазы, 2 - смеси  $\alpha$ -вторичной и  $\beta$ -фаз, 3 - всех структурных составляющих сплава ВТ6, подвергнутого РКУП и УЗО



Рисунок 3.5 - Зависимость микротвердости структурных составляющих образцов ВТ6, подвергнутых РКУП, от амплитуды осциллирующих напряжений УЗО

Результаты испытаний на растяжение при комнатной температуре также не выявили значимого влияния амплитуды ультразвуковых напряжений величиной до 100 МПа на прочность и пластичность прессованных прутков сплава ВТ6 (рисунок 3.6). Значимо не отличалась и величина равномерной деформации образцов до и после УЗО (рисунок 3.7).

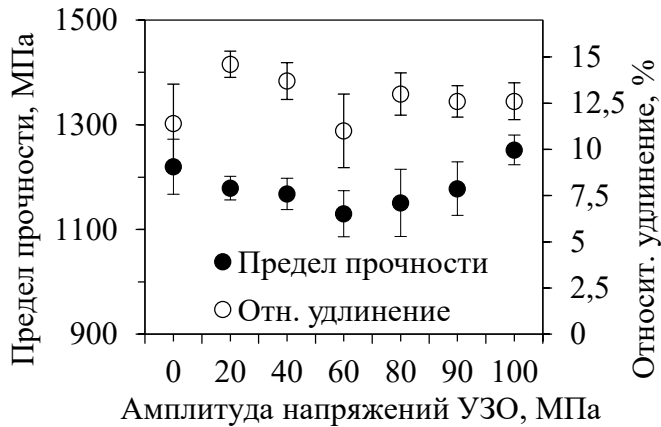


Рисунок 3.6 - Зависимость предела прочности и относительного удлинения образцов ВТ6, подвергнутых РКУП, от амплитуды напряжений УЗО

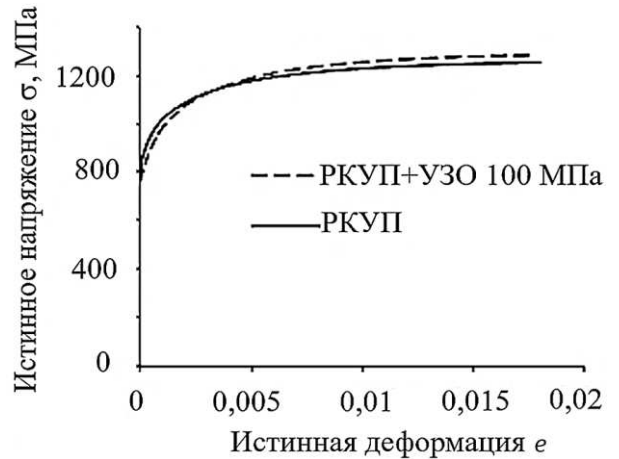


Рисунок 3.7 - Типичные кривые  $\sigma$ - $e$  образцов ВТ6, подвергнутых РКУП и УЗО, полученные после испытаний на растяжение при комнатной температуре

Как было отмечено в обзоре литературы, воздействие ультразвука на металлы и сплавы с высокой температурой плавления может ярче проявляться при температурах испытания выше  $0,3 \times T_{пл}$ , что обусловлено изменением термической стабильности структуры сплавов, подвергнутых УЗО. Поэтому в следующей серии экспериментов оценивали изменение микроструктуры и свойств сплава ВТ6, подвергнутого РКУП и УЗО с амплитудой напряжений 100 МПа, в ходе испытаний на растяжение при  $600^\circ\text{C}$  ( $0,45 \times T_{пл}$ ).

### 3.2 Влияние ультразвуковой обработки на структуру и свойства титановых сплавов при нагреве до $600^\circ\text{C}$

*3.2.1 Влияние ультразвуковой обработки на структуру и свойства при испытаниях на растяжение при температуре  $600^\circ\text{C}$  сплава ВТ6, подвергнутого равноканальному угловому прессованию*

Свойства сплава ВТ6, подвергнутого РКУП, подробно исследовалась в ряде работ [23-25], результаты которых показали, что этот сплав демонстрирует признаки сверхпластичности уже при  $600^\circ\text{C}$ . Однако повторяемость результатов в значительной мере зависит от «степени проработанности» структуры в прутках, полученных РКУП, и, следовательно, морфологии (размеров, формы, взаимного расположения) структурных составляющих. Чтобы исключить влияние структурной неоднородности на результаты испытаний, микроструктура всех прутков, использованных для эксперимента, была тщательно аттестована. При выполнении количественного анализа микроструктуры определяли: объемные доли первичной  $\alpha$ -фазы ( $V_{\alpha}$ -

и) 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 образца, 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 3.2.

Таблица 3.2 - Количественные параметры микроструктуры прессованных прутков сплава ВТ6, отобранных для проведения испытаний при 600°C

$V_{\alpha-1}$ , %	$V_\beta$ , %	$\Sigma S_{\alpha-1}$ , 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

Часть отобранных прутков подвергали УЗО с амплитудой напряжений 100 МПа в течение 60 секунд. Из прутков вырезали плоские образцы и испытывали с начальными скоростями деформации  $10^{-4}$ – $10^{-3}$  с<sup>-1</sup> при 600°C.

На рисунке 3.8 показан внешний вид образцов до и после испытаний. Значения относительного удлинения до разрыва и равномерного удлинения приведены в таблице 3.3. В большинстве случаев равномерное удлинение образцов существенно меньше, чем общее (рисунок 3.8, таблица 3.3). Со снижением начальной скорости деформации общее и равномерное удлинение всех образцов ожидаемо увеличиваются. При всех скоростях деформации образцы, подвергнутые УЗО, демонстрируют большие значения как удлинения до разрыва, так и равномерного удлинения по сравнению с не обработанными ультразвуком образцами.

Вид кривых  $\sigma$ - $e$  не типичен для «классического» сверхпластического течения материала (рисунок 3.9). Напряжения течения всех образцов достигали максимальных (пиковых) значений при  $e \approx 0,05$  и затем продолжительно снижались. В большинстве случаев за стадией разупрочнения следовала стадия локализации деформации. Установившаяся стадия течения наблюдалась при испытаниях образцов с начальными скоростями  $1,7 \times 10^{-4}$  с<sup>-1</sup> и менее. Наиболее вероятно, что при деформации развивалась динамическая рекристаллизация в зернах первичной  $\alpha$ -фазы. После УЗО наблюдается снижение интенсивности развития разупрочняющих процессов во время деформации (рисунок 3.9).

Максимальные напряжения течения образцов повышаются с увеличением скорости испытаний (рисунок 3.10). Сплав ВТ6, подвергнутый УЗО с амплитудой напряжений 100 МПа, при всех скоростях демонстрировал меньшие значения напряжений течения на начальных

стадиях деформации (рисунки 3.9, 3.10) и большую чувствительность напряжений течения к скорости деформации (рисунок 3.11), чем не обработанный ультразвуком сплав.

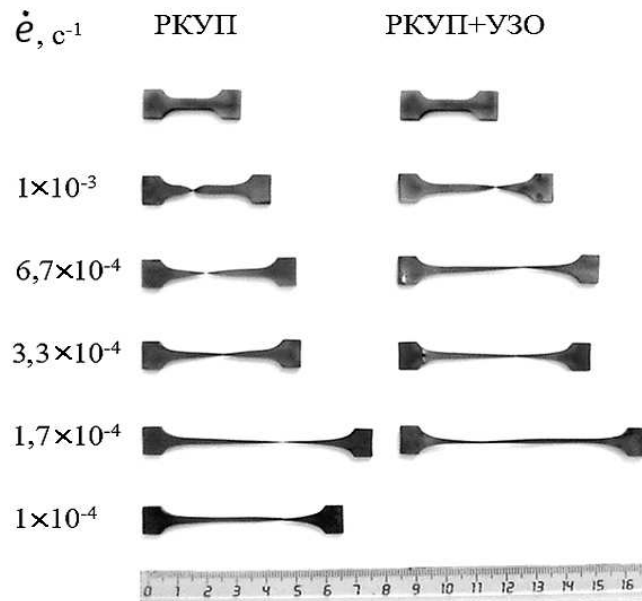


Рисунок 3.8 - Внешний вид образцов сплава ВТ6, подвергнутого РКУП и РКУП+УЗО, до и после испытаний на растяжение при 600°C с различными скоростями деформации [170, 171]

Таблица 3.3 - Относительное удлинение до разрыва и равномерное удлинение образцов сплава ВТ6, подвергнутого РКУП и УЗО с амплитудой 100 МПа [177]

Обработка $\dot{\epsilon}_0, \text{c}^{-1}$	Удлинение до разрыва, %		Равномерное удлинение, %	
	РКУП	РКУП+УЗО 100 МПа	РКУП	РКУП+УЗО 100 МПа
$1 \times 10^{-3}$	136	172	83	118
$6,7 \times 10^{-4}$	162	343	89	178
$3,3 \times 10^{-4}$	188	296	94	139
$1,7 \times 10^{-4}$	429	500 не разрушился	234	362
$1 \times 10^{-4}$	358	—	297	—

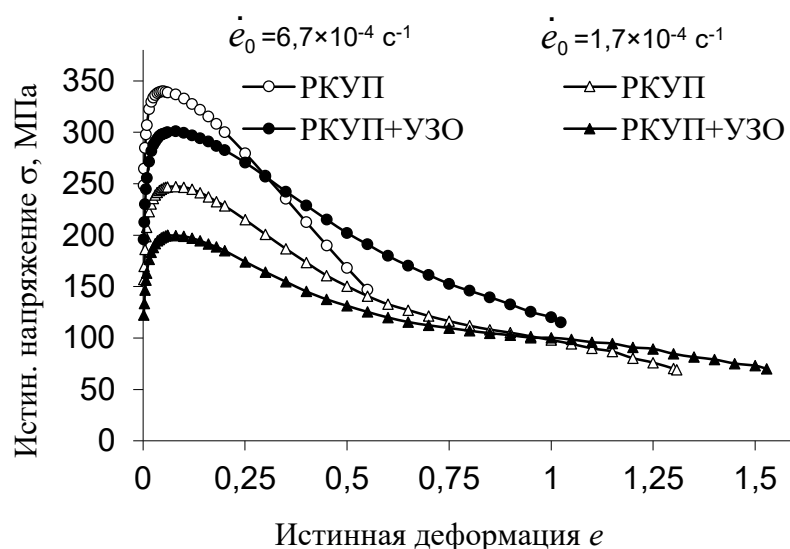


Рисунок 3.9 - Типичные зависимости  $\sigma$ - $e$ , полученные после испытаний образцов сплава ВТ6, подвергнутого РКУП и УЗО, с разной начальной скоростью деформации [170, 171, 177]

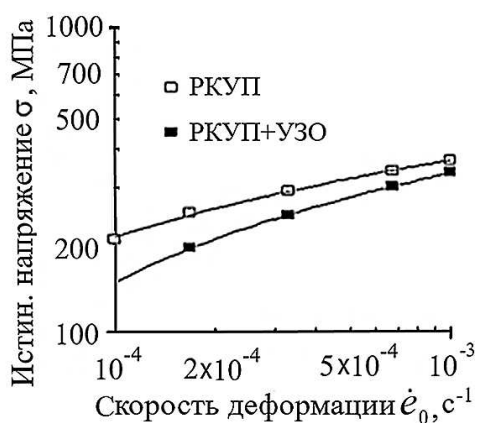


Рисунок 3.10 - Зависимость истинного напряжения от начальной скорости деформации при испытаниях образцов сплава ВТ6, подвергнутого РКУП и УЗО [170, 171]

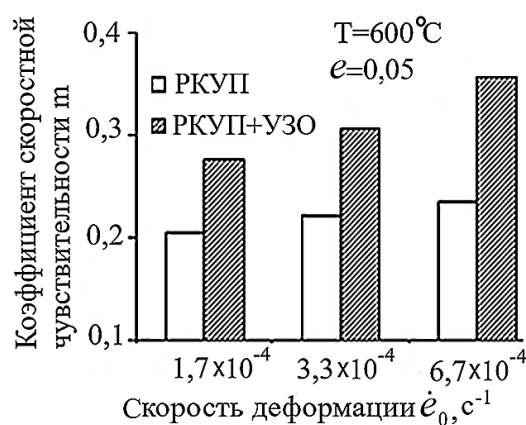


Рисунок 3.11 - Влияние скорости деформации на величину коэффициента  $m$  при испытаниях образцов сплава ВТ6, подвергнутого РКУП и УЗО [170]

Анализ микроструктуры в рабочей части испытанных образцов подтвердил гипотезу о развитии рекристаллизации  $\alpha$ -фазы во время деформации при  $600^\circ\text{C}$ . Действительно, после испытаний в рабочей части всех образцов равноосные  $\alpha$ -зерна размером менее 1 мкм заменили вытянутые крупные зерна первичной  $\alpha$ -фазы (рисунок 3.12).

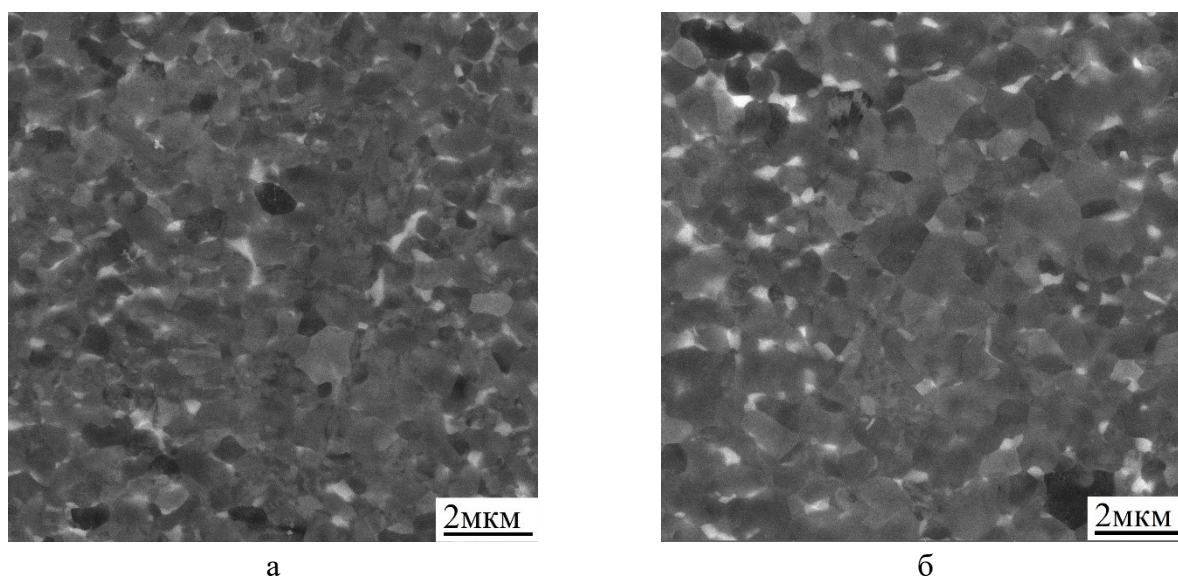


Рисунок 3.12 - Микроструктура сплава ВТ6, подвергнутого РКУП (а) и РКУП+УЗО (б), в рабочей части испытанных образцов [170]

Анализ микроструктуры в «головках» испытанных образцов показал, что после выдержки при  $600^{\circ}\text{C}$  внутри зерен первичной  $\alpha$ -фазы сформировались новые рекристаллизованные зерна, и в обработанных ультразвуком образцах их существенно больше (рисунок 3.13).

На графике распределения зерен по размерам (рисунок 3.14) видно, что после испытаний при  $600^{\circ}\text{C}$  в образце сплава ВТ6, подвергнутого РКУП, распределение бимодальное: около 20% площади шлифа занимают зерна размером 1-2 мкм и около 40% - зерна с размерами 7-10 мкм. В образце, подвергнутом РКУП и УЗО, на зерна с размерами 1-2 мкм приходится почти половина площади шлифа, а более крупные зерна с размерами 7-10 мкм занимают не более 10% его площади.

Доли большеугловых границ также различаются в «головках» образцов, не подвергнутых и подвергнутых УЗО, и составляют, соответственно, 38 и 53% (рисунок 3.15).

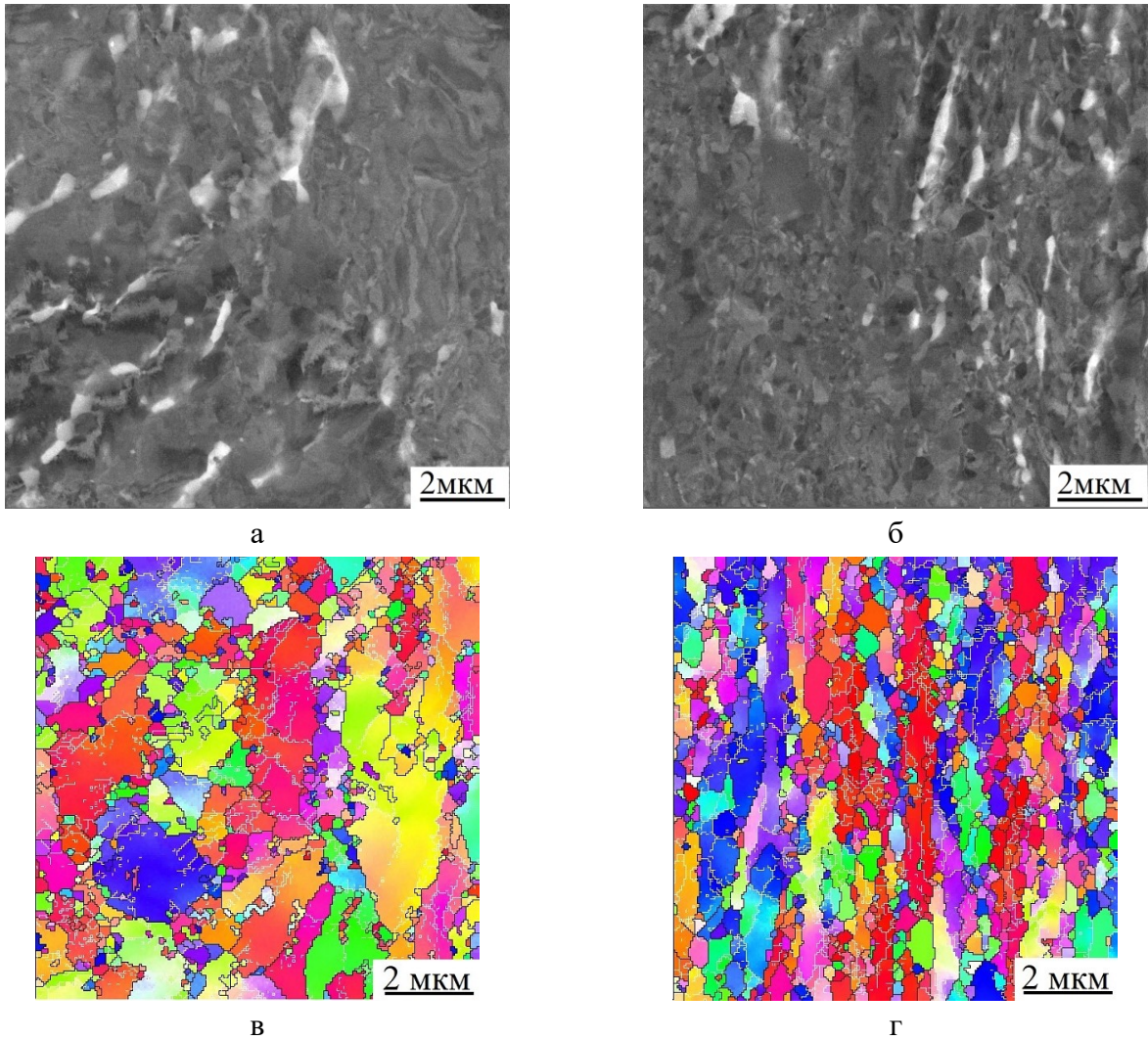


Рисунок 3.13 - Микроструктура сплава ВТ6, подвергнутого РКУП (а, в) и РКУП+УЗО (б, г), в «головках» испытанных образцов: (а, б) – BSE-изображения, (в, г) – EBSD-изображения.

МУГ и БУГ обозначены соответственно белыми и черными линиями [170, 173]

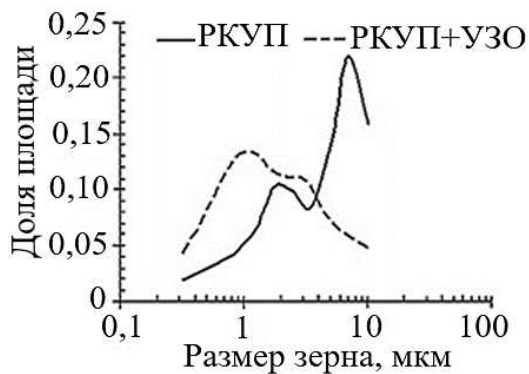


Рисунок 3.14 - Распределение зерен по размерам в «головках» испытанных образцов сплава ВТ6, подвергнутого РКУП и УЗО [180]

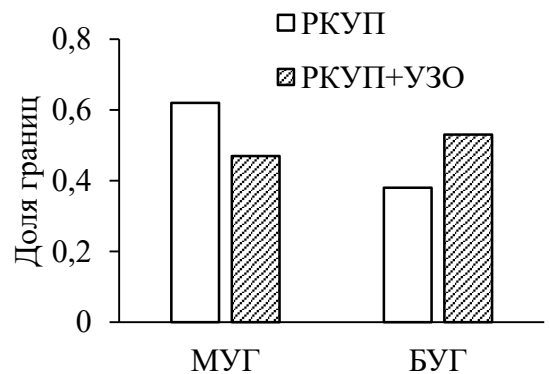


Рисунок 3.15 - Доли МУГ и БУГ в «головках» испытанных образцов сплава ВТ6, подвергнутого РКУП и УЗО



Вероятно, изменения в тонкой структуре деформированного сплава ВТ6, вызванные УЗО, способствовали развитию процессов возврата и непрерывной рекристаллизации, которые протекают при прогреве прессованных образцов до температуры 600°C. В результате этого на момент начала испытаний в образцах сплава ВТ6, обработанных ультразвуком, формируется более однородная структура с меньшим размером зерен  $\alpha$ -фазы по сравнению с образцами того же сплава, необработанного ультразвуком. Обнаруженные различия в микроструктуре могли привести к наблюдаемой разнице свойств.

Чтобы получить дополнительную информацию о влиянии УЗО на структурные изменения в  $\alpha$ -фазе легированных сплавов титана, подвергнутых ИПД, исследования были продолжены на прутках сплава ВТ5, химический состав которого близок к химическому составу  $\alpha$ -фазы сплава ВТ6. Условия РКУП сплава ВТ5 и последующей УЗО были такими же, как и для сплава ВТ6.

### *3.2.2 Влияние ультразвуковой обработки на прочность и структуру сплава ВТ5, подвергнутого равноканальному угловому прессованию*

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 (рисунок 3.16).

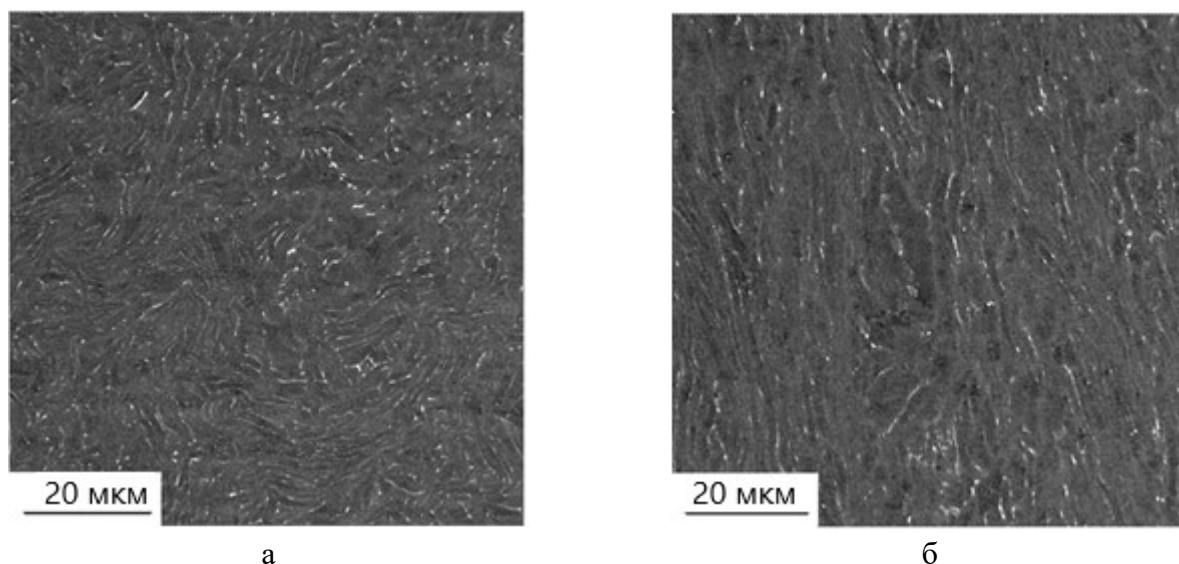


Рисунок 3.16 - BSE-изображения микроструктуры сплава ВТ5 в поперечном (а) и продольном сечениях прутка (б) [172]

УЗО прутков из сплава ВТ5 выполняли по схеме, показанной на рисунке 2.26 и описанной в главе 2, с амплитудой напряжений 100 МПа.

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 3.4). Можно лишь отметить слабую тенденцию к повышению прочностных свойств этого сплава после УЗО, вместо ожидаемого разупрочнения.

Таблица 3.4 - Значения микротвердости и предела прочности при растяжении

Состояние	Микротвердость HV	$\sigma_v$ , 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 при 600°C. Вероятно, УЗО вызвала изменения в тонкой структуре сплава, которые оказали влияние на развитие рекристаллизации во время прогрева до температуры испытаний. Для подтверждения (опровержения) полученного результата, 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 при этой температуре.

Структурные изменения, которые протекали во время выдержки образцов сплава ВТ5 при 600°C, были подобны тем, которые наблюдались в «головках» испытанных образцов сплава ВТ6. В образцах, обработанных ультразвуком, в ходе последующей выдержки при 600°C сформировалась структура с большим количеством рекристаллизованных  $\alpha$ -зерен (рисунок 3.17) по сравнению с необработанными образцами. Распределение зерен по размерам в обоих случаях бимодальное. Однако, в образцах, подвергнутых УЗО, наблюдается смещение пика, соответствующего более крупным зернам, в сторону меньших размеров: 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 3.19).

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

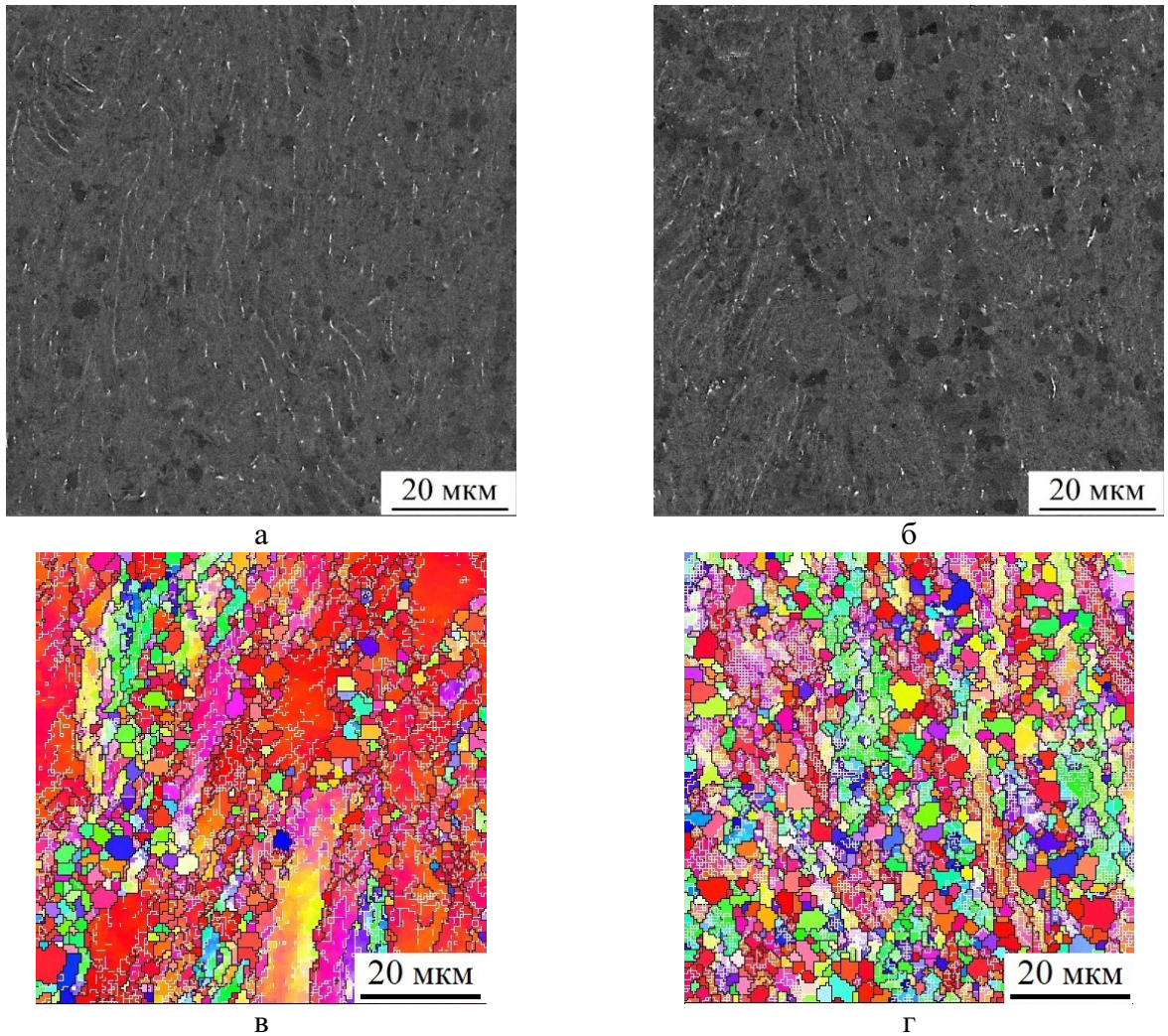


Рисунок 3.17 - Микроструктура сплава ВТ5, подвергнутого РКУП (а, в) и РКУП+УЗО (б, г), после выдержки при 600°C в течение 1,5 ч.: (а, б) – BSE, (в, г) – EBSD. МУГ и БУГ обозначены соответственно белыми и черными линиями

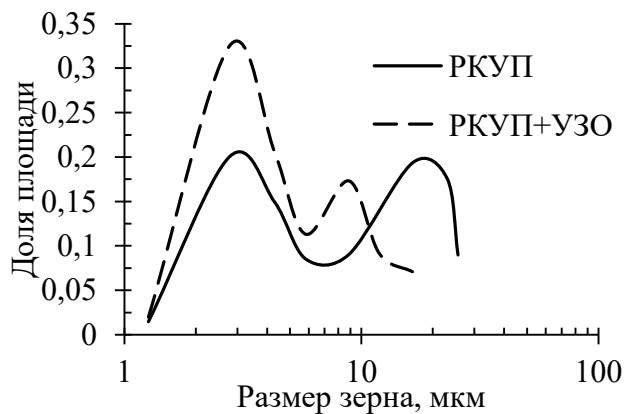


Рисунок 3.18 - Распределение зерен по размерам в образцах сплава ВТ5, подвергнутого РКУП и УЗО, после выдержки при 600°C

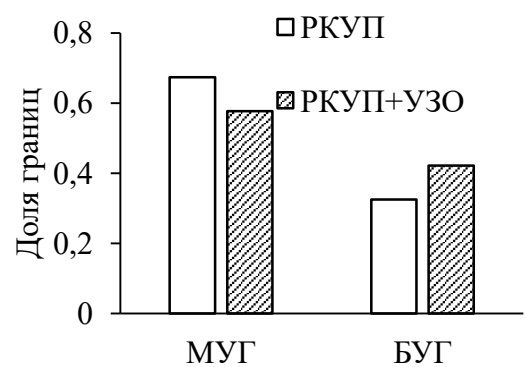


Рисунок 3.19 - Доли МУГ и БУГ в образцах ВТ5, подвергнутого РКУП и УЗО, после выдержки при 600°C

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

На рисунке 3.20 представлены ПЭМ-изображения структуры сплава ВТ5, подвергнутого РКУП и последующему УЗО. Видно, что в обоих состояниях наблюдаются разориентированные фрагменты с очень высокой плотностью дислокаций. Наличие таких дислокационных скоплений косвенно указывают, что плотность дислокаций в материале может превышать  $10^{13} \text{ м}^{-2}$  [178, 179] и заметного перераспределения дислокаций после УЗО не наблюдалось.

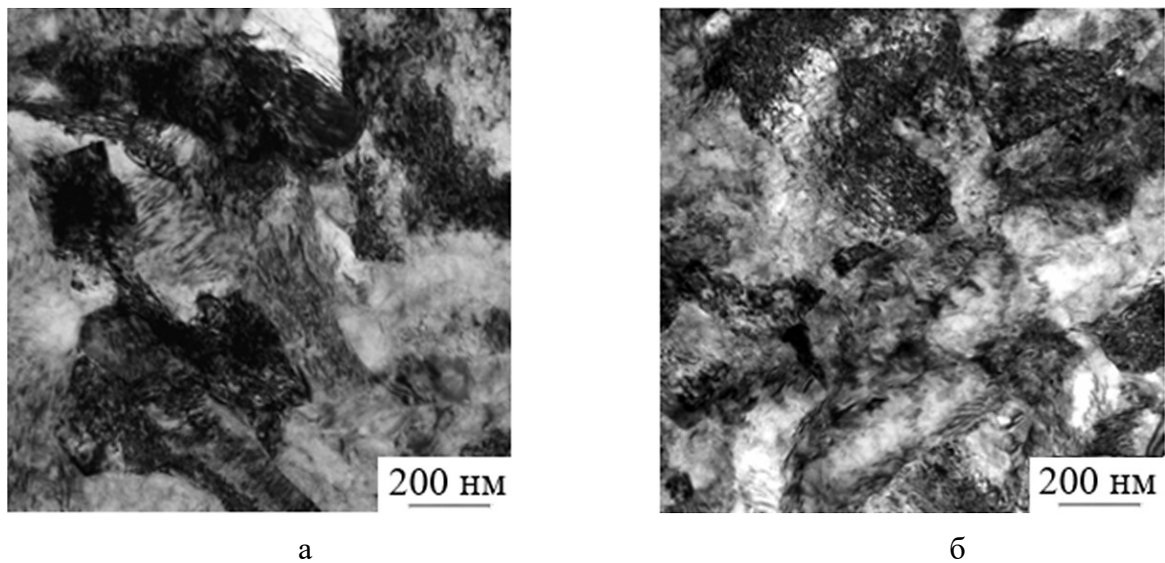


Рисунок 3.20 - ПЭМ изображения структуры сплава ВТ5, подвергнутого РКУП, до (а) и после УЗО с амплитудой 100 МПа (б) в поперечном сечении прутков [174]

Для оценки размеров областей когерентного рассеяния, значений микродеформаций и интегральной плотности дислокаций использовали рентгеноструктурный анализ. Дифрактограммы сплава ВТ5 до и после УЗО и результаты РСА представлены, соответственно, на рисунке 3.21 и в таблице 3.5. По данным РСА можно отметить некоторое уменьшение размеров ОКР и слабое увеличение микродеформаций и плотности дислокаций в образцах, подвергнутых УЗО.

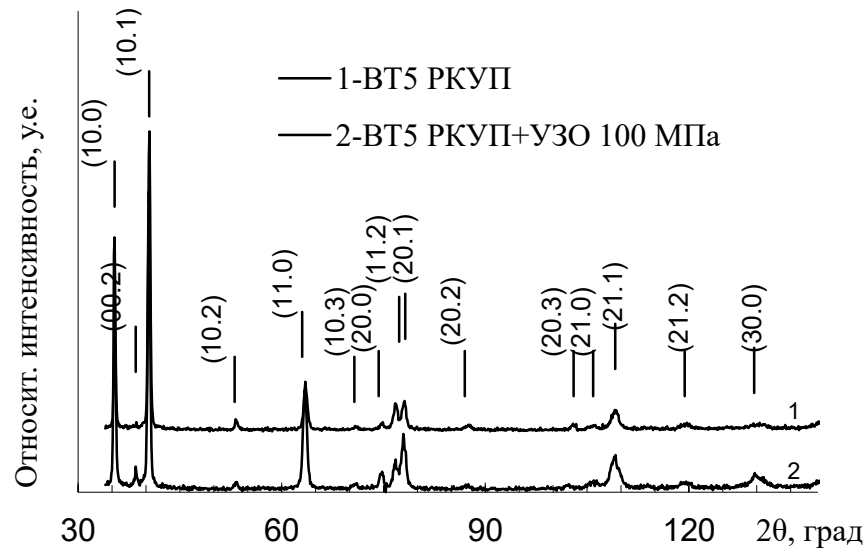


Рисунок 3.21 - Дифрактограммы сплава VT5, подвергнутого РКУП, до и после УЗО [174]

Таблица 3.5 - Результаты РСА образцов после РКУП и после РКУП+УЗО

Образец	ОКР, Å	$\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2} (\times 10^{-3})$	$\rho, \text{м}^{-2}$
РКУП	814±49	2,60±0,08	3,7×10 <sup>14</sup>
РКУП+УЗО	684±50	2,95±0,12	5,1×10 <sup>14</sup>

Высокочувствительным методом исследования структурных дефектов в твердых телах, является метод аннигиляции позитронов. Этот метод позволяет измерять плотность дислокаций, а также концентрации вакансионных кластеров. Благодаря поддержке коллег из Карлова университета, метод аннигиляции позитронов был использован для оценки плотности дислокаций и вакансионных кластеров в прессованных образцах сплава VT5 до и после УЗО. Полученные результаты приведены в таблице 3.6. Спектры времени жизни позитронов в исследованных образцах содержат три компонента. Каждая компонента характеризуется своим временем жизни  $\tau_i$  и относительной интенсивностью  $I_i$ . Интенсивности нормированы так, что  $\Sigma I_i = 100\%$ .

Каждая из трех составляющих экспериментальных спектров может быть соотнесена с определенным позитронным состоянием в материале:

1) слабая и короткоживущая компонента с временем жизни  $\tau_1$  соответствует свободным позитронам (не захваченным дефектами);

2) составляющая с временем жизни  $\tau_2 \approx 170$  пс может быть отнесена к позитронам, захваченным на дислокациях [180]. Поскольку эта компонента является доминирующей в спектре с интенсивностью  $I_2 \approx 80\%$ , дислокации являются основными «ловушками» позитронов

в исследованных образцах. Плотность дислокаций  $\rho$ , рассчитанная с использованием модели захвата позитронов, описанной в работе [181], также приведена в таблице.

3) долгоживущая компонента с временем жизни  $\tau_3 \approx 430$  пс соответствует позитронам, захваченным вакансионными кластерами (нанопорами), состоящими как минимум из нескольких десятков вакансий и созданных, скорее всего, скоплением вакансий, внесенных пластической деформацией [180, 182]. Концентрация вакансионных кластеров  $c_{cl}$ , рассчитанная с использованием стандартной модели захвата позитронов [181], показана в последнем столбце таблицы.

Таблица 3.6 - Результаты спектроскопии времени жизни позитронов

Состояние	$\tau_1$ (пс)	$I_1$ (%)	$\tau_2$ (пс)	$I_2$ (%)	$\tau_3$ (пс)	$I_3$ (%)	$\rho, \text{м}^{-2}$	$c_{cl} (10^{-6})$
РКУП, поперечное сечение	40	8	172	80	426	12	$3,1 \times 10^{14}$	3
РКУП+УЗО, поперечное сечение	21	4	170	78	427	18	$6,5 \times 10^{14}$	8
РКУП, продольное сечение	45	9	172	80	438	11	$2,6 \times 10^{14}$	2
РКУП+УЗО, продольное сечение	26	5	171	79	430	16	$5,2 \times 10^{14}$	6

По результатам спектроскопии времени жизни позитронов, показанным в таблице 3.6, видно, что существенной разницы в плотности дислокаций и концентрации вакансионных кластеров в поперечном и продольном сечении образцов нет, что вполне ожидаемо, поскольку время жизни позитрона не зависит от кристаллографической ориентации. Образцы, обработанные ультразвуком, демонстрируют более высокую концентрацию вакансионных кластеров и плотность дислокаций по сравнению с не обработанными ультразвуком образцами. Несмотря на то, что различия в плотности дислокаций невелики, результаты спектроскопии и рентгеноструктурного анализа (таблица 3.5) хорошо согласуются.

Возможно, именно повышение плотности дислокаций и концентрации вакансионных кластеров в легированной  $\alpha$ -фазе титана способствует формированию новых межзеренных границ и измельчению структуры при последующем нагреве деформированных сплавов до температуры  $0,45 \times T_{пл}$ , поскольку вакансионные кластеры могут эффективно закреплять границы ячеек и субзерен, сформировавшихся при деформации, а дислокации достраивать их до высокоугловых границ зерен [64].

Увеличение концентрации вакансий и плотности дислокаций часто наблюдали после УЗО отожженных материалов, что сопровождалось повышением их прочности [13-15, 64, 71, 78-86, 89]. УЗО деформированных материалов чаще приводила к их разупрочнению при комнатной температуре [63-65, 94-97], повышению стабильности структуры при последующем нагреве, что снижало скорость установившейся ползучести.

При постановке экспериментов мы ожидали, что УЗО приведет к релаксации внутренних напряжений в деформированных сплавах титана, в том числе за счет релаксации неравновесных границ зерен. Возможность таких изменений в тонкой структуре под влиянием УЗО была продемонстрирована на примере никеля [27, 70, 76, 98-100, 105].

После УЗО наноструктурированных металлов с ГПУ решеткой [28-30] тоже фиксировали «существенное снижение уровня внутренних напряжений», который количественно оценивали по результатам измерения остаточного сопротивления и качественно - по наблюдениям методом ПЭМ. Согласно описанию структуры титана, приведенному в работе [30], вблизи границ нанозерен в холоднокатаном титане наблюдались изгибные контуры, а после УЗО они не обнаруживались, что авторы объяснили развитием релаксации границ нанозерен под влиянием ультразвука. К сожалению, ПЭМ изображений, подтверждающих этот факт, в работе не приводится. Несмотря на идентичные изменения в структуре наноструктурированных сплавов титана и циркония после УЗО, свойства материалов менялись противоположным образом: прочность титана, как при комнатной, так и при повышенной температуре повышалась, а сплавов циркония – снижалась.

Отличие полученных экспериментальных данных от приведенных в литературе, может быть связано как с разницей в условиях ультразвуковой обработки, так и с особенностями структуры исследуемых материалов, которые деформировали на значительную степень (более 3) по разным схемам. Имеющиеся на сегодняшний день данные о влиянии УЗО на дефектную структуру металлов представлены не в полной мере, а их интерпретация неоднозначна, поэтому эта тема требует дальнейшего исследования.

### **3.3 Выводы по главе**

1) Методы измерения микротвердости и предела прочности при комнатной температуре оказались нечувствительными к изменениям в тонкой структуре сплавов титана, подвергнутых ИПД и последующей УЗО с амплитудами осциллирующих напряжений 20 – 100 МПа в течение 60 с.

2) Методом аннигиляции позитронов показано, что УЗО с амплитудами осциллирующих напряжений 100 МПа прутков сплава ВТ5, подвергнутых РКУП, приводит к трехкратному

повышению концентрации вакансионных кластеров и двукратному увеличению плотности дислокаций. Такое же повышение плотности дислокаций в озвученном сплаве ВТ5 было зафиксировано методом РСА.

3) Увеличение концентрации вакансионных кластеров и плотности дислокаций в легированной  $\alpha$ -фазе деформированных сплавов титана способствует формированию новых высокоугловых  $\alpha/\alpha$  границ во время выдержки сплавов при 600°C.

4) Испытания двухфазного титанового сплава ВТ6, подвергнутого РКУП, при 600°C показали, что предварительная УЗО с амплитудой осциллирующих напряжений 100 МПа приводит к снижению напряжения течения сплава, росту удлинения образцов, увеличению коэффициента скоростной чувствительности  $m$ .



## ГЛАВА 4. КОМПЬЮТЕРНОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ВОЗДЕЙСТВИЯ ОСЦИЛЛИРУЮЩИХ НАПРЯЖЕНИЙ НА НЕРАВНОВЕСНУЮ ГРАНИЦУ ЗЕРЕН В БИКРИСТАЛЛЕ ТИТАНА

Как было отмечено в первой главе, эффект УЗО на микроструктуру УМЗ материалов зависит от амплитуды напряжений [27, 98, 99]. При некоторой оптимальной амплитуде воздействие ультразвука может приводить к существенному снижению уровня неравновесности границ зерен и плотности дислокаций. Например, в никеле, подвергнутом КВД, наибольший эффект релаксации структуры был достигнут при амплитуде 60 МПа [98, 99].

Результаты, подтверждающие эффект релаксации внутренних напряжений вследствие УЗО, также были получены путем моделирования на мезоскопическом уровне с точки зрения дислокационной динамики и на атомном уровне с помощью молекулярной динамики. Исследование поведения неупорядоченных дислокационных структур в модельном зерне, содержащем неравновесные границы, показало, что УЗО может приводить к значительной релаксации внутренних напряжений границ за счет перестройки решеточных дислокаций и их захвата границами зерен [68, 69, 117-119]. С помощью молекулярно-динамического моделирования показан другой механизм релаксации внутренних напряжений в нанокристаллах никеля при воздействии осциллирующих напряжений, а именно эмиссия решеточных дислокаций неравновесными границами зерен [67, 115, 116, 167, 183, 184].

Для лучшего понимания особенностей воздействия осциллирующих напряжений на структуру деформированного титана, было выполнено молекулярно-динамическое моделирование знакопеременного нагружения бикристаллов титана с неравновесными границами зерен, результаты которого представлены в настоящей главе и опубликованы в работах [176, 185].

### 4.1 Построение модели

Для моделирования были выбраны бикристаллы  $\alpha$ -Ti с параметрами решетки  $a = 2,965 \text{ \AA}$  и  $c = 4,721 \text{ \AA}$ , содержащие симметричные границы с осями наклона  $[\bar{1}\bar{1}00]$  и  $[0001]$ . Неравновесная структура границ зерен создавалась введением диполя клиновых дисклинаций по схеме, предложенной ранее в работах [67, 116, 167]. Для этого два бикристалла, содержащие границы наклона с разными углами разориентации  $\theta_1$  и  $\theta_2$ , были объединены, как это схематично показано для случая границы с осью наклона  $[\bar{1}\bar{1}00]$  на рисунке 4.1. В результате возникали перекрытия и зазоры материала, которые устранялись с помощью упругих смещений. Таким образом, для каждой оси наклона были построены две пары систем с геометрическими параметрами и соответствующими значениями мощности дисклинаций  $\omega$ ,

представленными в таблице 4.1. Соответствующие изображения атомной структуры границ зерен для случая бикристалла 1 представлены на рисунке 4.2.

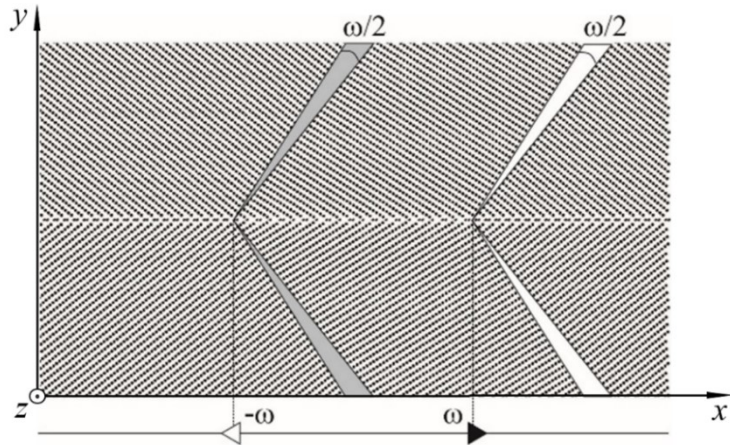


Рисунок 4.1- Схема введения дисклинационного диполя в границу с осью наклона  $[0\bar{1}10]$   $[176]$

Таблица 4.1 - Геометрические характеристики бикристаллов с дисклинациями в границах зерен

Бикристалл	Размеры ячейки, Å	Ось наклона	Плоскость границы 1	$\theta_1$ , град	Плоскость границы 2	$\theta_2$ , град	$\omega$ , град
1	316,3×287,9×15,4	$[1\bar{1}00]$	$[11\bar{2}4]$	77,05	$[11\bar{5}4]$	64,99	12,06
2	385,1×275,2×14,2	$[0001]$	$[13\bar{4}0]$	32,20	$[12\bar{3}0]$	21,79	10,41

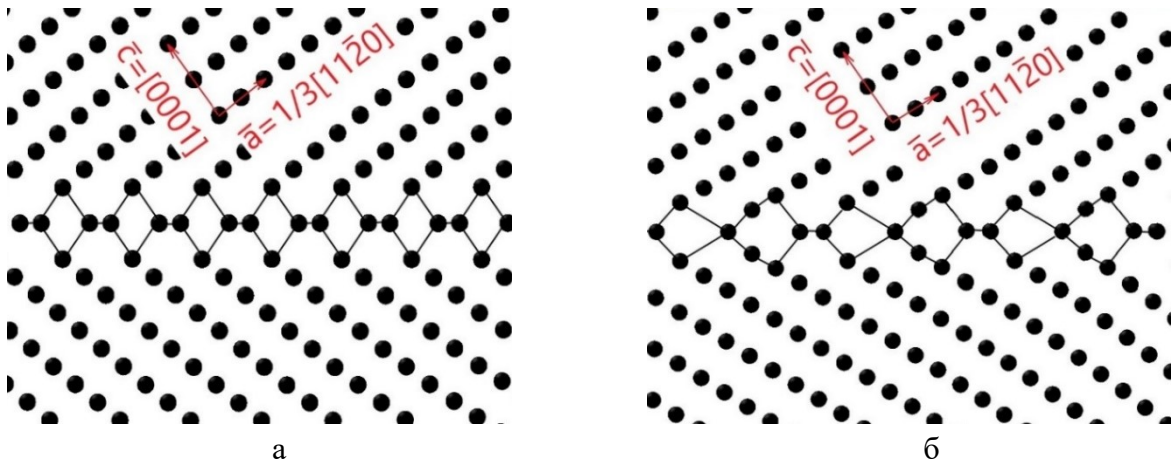


Рисунок 4.2 - Атомная структура границ с углами разориентации  $\theta_1 = 77,05^\circ$  (а) и  $\theta_2 = 64,99^\circ$  (б)

В направлениях осей  $x$  и  $z$ , лежащих в плоскости границы зерен, применялись периодические граничные условия. В направлении оси  $y$  бикристаллы имели свободные поверхности на расстоянии 14 нм от плоскости границы. Построенные таким образом атомные системы были подвергнуты релаксации при нулевой температуре.

Наличие искажений кристаллической решетки, вызванных дисклинационным диполем, в релаксированной структуре можно выявить с помощью картины Муара (рисунок 4.3), образующейся в результате наложения изображений атомной структуры, в которой атомы смещены из узлов кристаллической решетки, с идеальной периодической структурой пикселей на экране монитора. Эти искажения приводят к повышенной энергии атомов около границы зерен. На рисунке 4.4 показана карта атомных энергий в релаксированном при 0 К бикристалле *1*. В структуре бикристалла наблюдаются области повышенной энергии, обусловленные дальнедействующими полями напряжений неравновесной границы зерен.

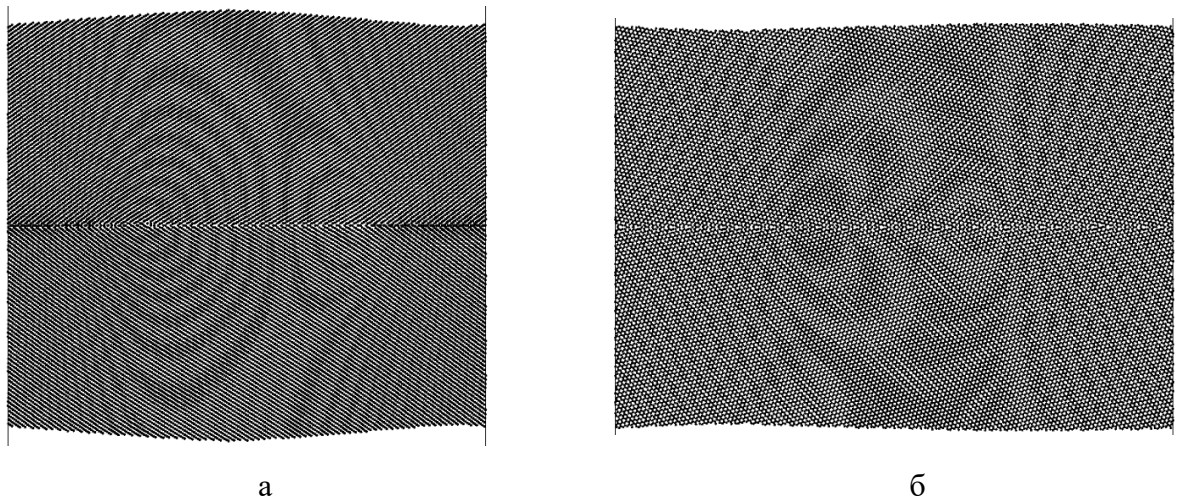


Рисунок 4.3 - Картины Муара, образованные атомными структурами бикристаллов *1* (а) и *2* (б)

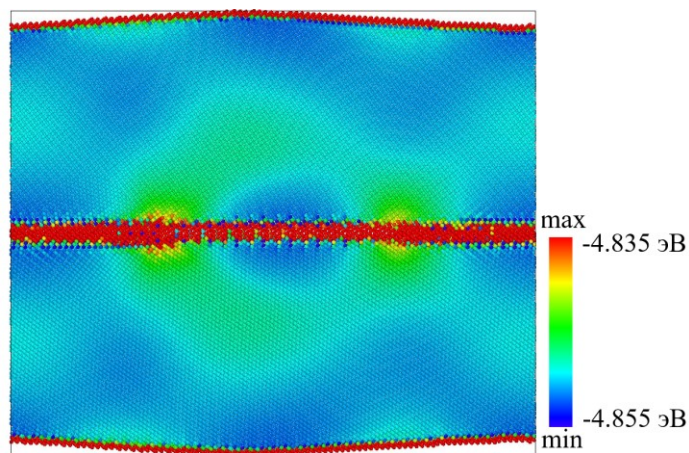


Рисунок 4.4 - Карта энергий бикристалла титана *1* после релаксации при 0 К (энергия связи  $\epsilon_0 = -4,853$  эВ)

Для моделирования при комнатной температуре релаксированные при абсолютном нуле структуры выдерживали в течение 200 пс с шагом 2 фс при температуре  $T = 300$  К для достижения термодинамического равновесия.

Для исследования влияния осциллирующих напряжений на системы с релаксированными таким образом структуры прикладывалась синусоидальная нормальная деформация вдоль оси  $x$ , описываемая законом  $\varepsilon = \varepsilon_0 \cdot \sin(2\pi t / \tau)$  с периодом  $\tau = 160$  пс при  $T = 0$  К и 300 К до десяти циклов. Шаг по времени составлял 2 фс. Амплитуда деформации  $\varepsilon_0$  варьировалась в диапазоне от 0,5 до 5%.

Следует отметить, что частота циклического воздействия, соответствующая использованному периоду, составляет величину, равную 6,25 ГГц, то есть, существенно выше экспериментально реализуемых частот при УЗО, следствием чего также являются более высокие напряжения деформации. Большие по сравнению с экспериментальными частоты и напряжения - это особенность ММД, связанная с ограниченной скоростью расчетов.

#### 4.2 Результаты моделирования

Результаты моделирования показали, что при обеих температурах  $T = 0$  К и 300 К существует определенное пороговое значение амплитуды деформаций  $\varepsilon_{0t}$ , выше которого граница начинает испускать дислокации. Например, на рисунке 4.5 показана зависимость деформации  $\varepsilon_{xx}$  вдоль оси  $x$  бикристалла  $I$  при 0 К от времени воздействия. Как видно, при  $\varepsilon_0 \leq 2,95\%$  деформация  $\varepsilon_{xx}$  изменяется по периодическому закону, необратимая деформация, связанная с движением дислокаций, отсутствует в течение более чем десяти колебательных циклов. При амплитудах деформации 2,98% и 3,00% зарождение дислокаций из границы (указаны стрелками на рисунке 4.5) происходит уже в четвертом и втором циклах соответственно, что приводит к существенному изменению  $\varepsilon_{xx}$ .

На рисунке 4.6 представлена карта касательных напряжений  $\sigma_{xy}$  в бикристалле  $I$  в исходном состоянии (рисунок 4.6а) и после 420 пс циклической деформации, в процессе испускания двух частичных дислокаций, скользящих в плоскости  $\{0001\}$  нижнего зерна (рисунок 4.6б, в). Хорошо видно, что эмиссия дислокаций сопровождается снижением дальнедействующих напряжений. Этот процесс релаксации неравновесной границы зерен, содержащей дисклинационный диполь, на примере никеля наблюдали ранее в работах [67, 115, 116, 183, 184]. Тот факт, что дислокации являются частичными, то есть оставляют за собой дефект упаковки, содержащий два соседних слоя атомов с ГЦК окружением, продемонстрирован на рисунке 4.6в. Различение ГПУ и ГЦК структур осуществляется с помощью метода анализа общих соседей [186], который реализован в программе OVITO.

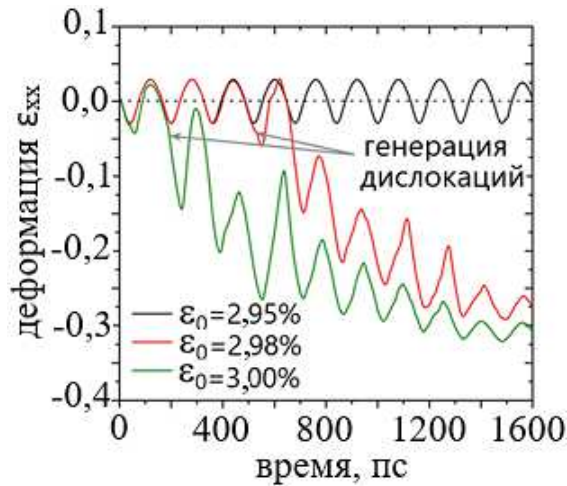


Рисунок 4.5 - Изменение деформации  $\varepsilon_{xx}$  в бикристалле титана *I* в зависимости от времени при различных амплитудах приложенной деформации  $\varepsilon_0$  при температуре  $T=0$  К [176]

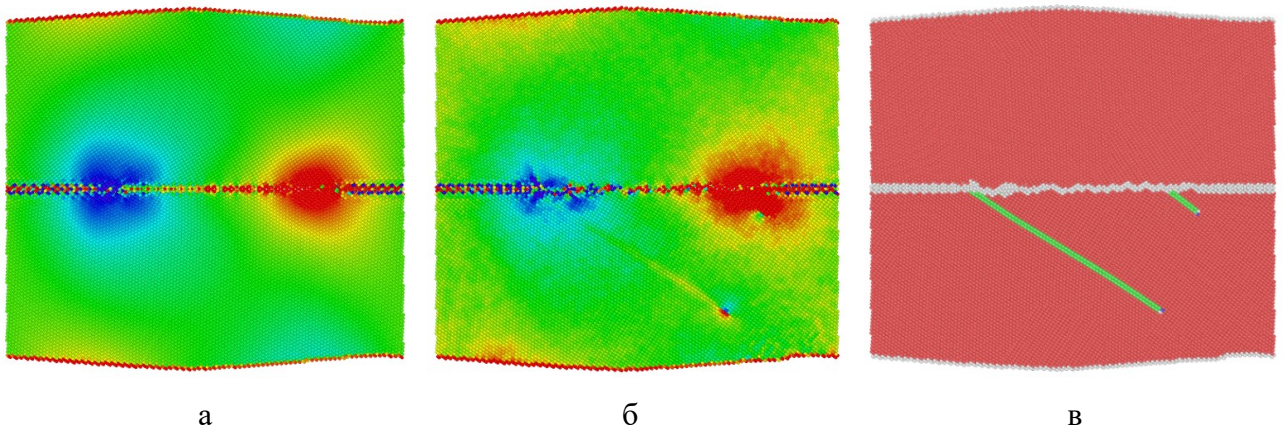


Рисунок 4.6 - Бикристалл титана *I* до (а) и после 420 пс приложения периодической деформации, приводящей к эмиссии дислокаций неравновесной границей при деформации 2,98% (б, в). Атомы на рисунках (а) и (б) окрашены в соответствии со сдвиговой компонентой поля напряжений  $\sigma_{xy}$ . На рисунке (в) представлена та же структура, что и на (б), но атомы окрашены в соответствии с их локальным окружением (красный — ГПУ-атомы, зеленый — ГЦК-атомы (дефекты упаковки, серый — все остальные атомы) для более четкой визуализации испускаемых дислокаций [176]

Для бикристалла титана *2* значение пороговой амплитуды деформации составляет примерно  $\varepsilon_{0t}=4,2\%$ . Однако в этом случае сразу после первого колебательного цикла происходит многократное испускание дислокаций, фасетирование и разрушение границы.

Повышение температуры до 300 К приводит к незначительному снижению пороговой амплитуды деформации  $\varepsilon_{0t}$  до 2,68% в бикристалле *I*. Определение величины пороговой деформации в бикристалле *2* оказывается невозможным ввиду того, что свободные поверхности

расчетной ячейки начинают испускать многочисленные дислокации прежде, чем амплитуда деформаций достигает значения, необходимого для эмиссии дислокаций границей, содержащей дисклинационный диполь. Эти дислокации распространяются вглубь зерен к границе бикристалла с последующей перестройкой кристаллической решетки. Таким образом, повышение температуры 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 границы зерен в реальных материалах не являются плоскими и всегда содержат дефекты, которые могут существенно снизить 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 результаты для УМЗ никеля, подвергнутого КВД, при амплитудах ультразвуковых напряжений около 30 МПа, что соответствует амплитудам деформаций около 0,015%, плотность дислокаций внутри зерен увеличивается, с чем связано повышение микротвердости. Значительная релаксация микродеформаций и формирование более равновесных структур происходит при амплитудах напряжений около 60 МПа, что соответствует амплитудам деформаций около 0,03% [98]. Анализ результатов молекулярно-динамического моделирования бикристаллов никеля с неравновесными границами, содержащими дисклинационные диполи, о которых сообщалось в работах [67, 167, 183, 184] показывает, что релаксация внутренних напряжений за счет испускания дислокаций неравновесной границей происходила при критических амплитудах деформаций около 1,5% для границы с осью разориентации [112] и мощностью дисклинации  $15^\circ$  [183] и около 0,5% для другой системы с той же осью разориентации и мощностью дисклинации  $11^\circ$  [184]. Сравнивая меньшие значения  $\epsilon_{0t}$ , полученные для двух металлов при моделировании, можно обнаружить, что релаксация неравновесных границ за счет генерации решеточных дислокаций в титане начинается при амплитуде деформации в шесть раз большей, чем в никеле. Применяя это же соотношение к экспериментальным результатам, можно ожидать повышения плотности дислокаций в деформированном титане при амплитуде деформаций около 0,09%, что соответствует амплитуде ультразвуковых напряжений около 100 МПа. Также можно предположить, что эффект релаксации внутренних напряжений в структуре деформированного титана может произойти только при амплитудах деформаций около 0,18%, что соответствует амплитудам напряжений около 200 МПа. Такая амплитуда недостижима на имеющемся

оборудовании и вызывают сильный нагрев образца, поэтому экспериментально проверить эту гипотезу на данный момент невозможно.

#### **4.2 Выводы по главе**

1) Результаты молекулярно-динамического моделирования показали, что высокочастотные напряжения растяжения-сжатия способствуют снижению дальнедействующих полей напряжений, источниками которых являются неравновесные границы зерен, за счет эмиссии решеточных дислокаций этими границами.

2) Сравнение полученных результатов с данными аналогичных исследований никеля показали, что пороговая амплитуда деформаций, при которой происходит генерация дислокаций неравновесной границей зерен, в бикристаллах титана примерно в шесть раз больше, чем в бикристаллах никеля.

## ГЛАВА 5. МИКРОСТРУКТУРА И ПРОЧНОСТЬ СОЕДИНЕНИЙ ЛИСТОВ ТИТАНА, ПОЛУЧЕННЫХ УЛЬТРАЗВУКОВОЙ СВАРКОЙ

Амплитуды деформаций, которые испытывают материалы под воздействием ультразвука при схемах объемной УЗО, использованных в предыдущих главах, составляют  $10^{-4}$ - $10^{-3}$ . Иными словами, воздействие знакопеременных деформаций в этом случае имеют умеренную интенсивность. Как следует из полученных выше результатов, в титане и его сплавах такие воздействия вызывают незначительные структурные изменения. Более высокие амплитуды деформаций ( $10^{-2}$ - $10^{-1}$ ), а значит и большая интенсивность воздействия, достигаются в другом процессе обработки материалов, использующим ультразвук – при ультразвуковой сварке. Поэтому представляет интерес исследование эволюции микроструктуры титана при этом процессе. Кроме того, сама по себе УЗС является одним из перспективных способов твердофазного соединения металлов и сплавов и, как показано в литературном обзоре, в настоящее время активно изучается. Однако многообразие факторов (амплитуда колебаний, величина сжимающей силы, длительность воздействия, конструкция наконечника и др.) и их взаимное влияние на формирование соединений не позволили до сих пор однозначно описать механизм образования металлической связи. Кроме того, если соединения мягких металлов (в основном, алюминия и меди) изучены достаточно подробно, то сведений об УЗС титана практически нет. Данная глава посвящена исследованию эволюции микроструктуры титана в процессе УЗС, а также изучению влияния усилия сжатия и времени сварки на качество соединений. Результаты, представленные в данной главе, опубликованы в работах [187-190].

### 5.1 Макроструктура соединений

Ультразвуковую сварку листов технического чистого титана ВТ1-0 проводили по схеме, изображенной на рисунке 2.3, при четырех режимах:  $P=5$  кН,  $t=3$  с;  $P=6$  кН,  $t=2$  с;  $P=6$  кН,  $t=3$  с;  $P=7$  кН,  $t=2$  с, где  $P$  – усилие сжатия,  $t$  – время обработки. Вид полученных образцов изображен на рисунке 5.1.

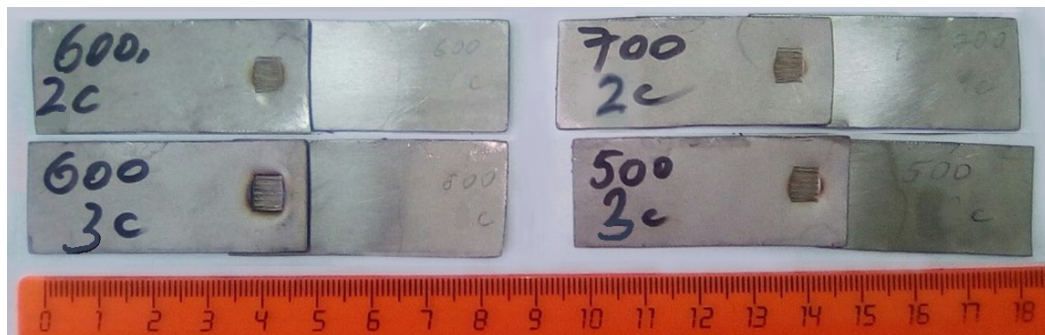


Рисунок 5.1 - Вид образцов соединений титана, полученных при разных режимах УЗС



Изображения макроструктуры полученных соединений представлены на рисунке 5.2. Видно, что при выбранных условиях сварки сформировались соединения удовлетворительного качества. В центральной зоне соединений дефектов (пор, несплошностей, трещин, остатков оксидов и загрязнений) не наблюдается (рисунки 5.2, 5.3а). Щелевидные дефекты присутствуют только на периферии – по периметру сварной точки (рисунки 5.2, 5.3б).

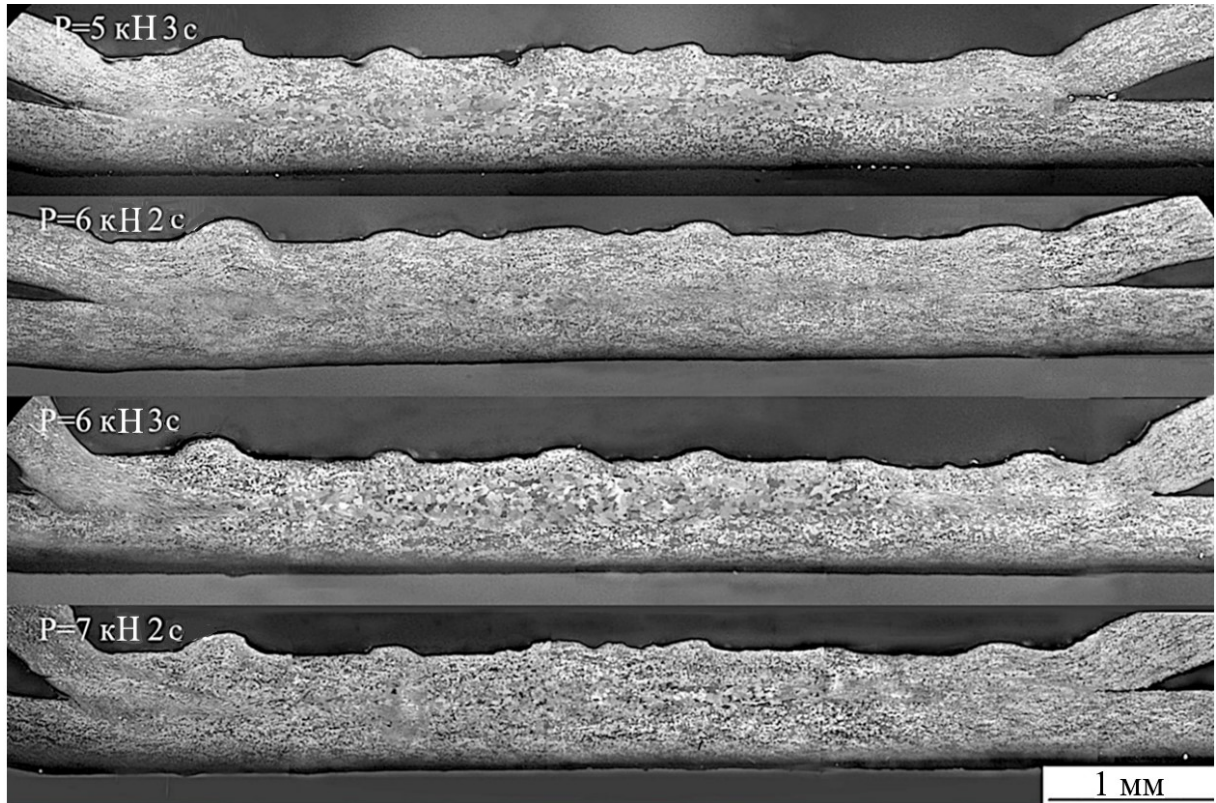
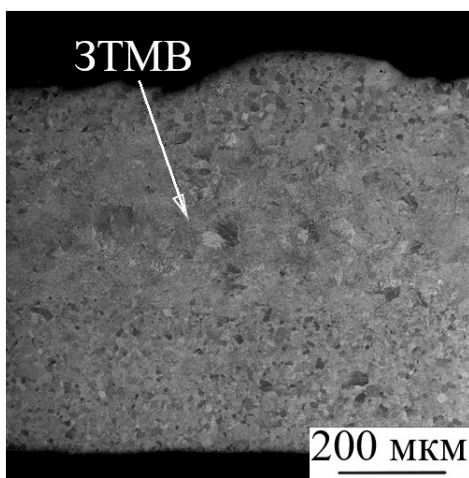
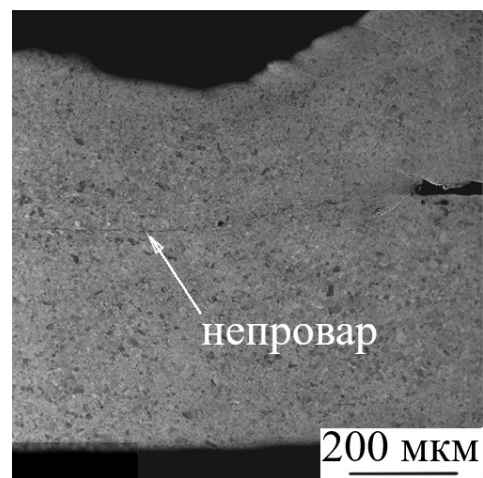


Рисунок 5.2 - Оптические изображения макроструктуры поперечных сечений соединений (поляризованный свет) [189]



а



б

Рисунок 5.3 - BSE изображения макроструктуры соединения, полученного УЗС при  $P=6$  кН,  $\tau=3$  с в центральной (а) и периферийной (б) зонах [189]

В таблице 5.1 представлены значения линейной плотности сварного соединения  $p$  и относительного сжатия сваренных листов  $\varepsilon$ . Обе характеристики увеличиваются как с ростом времени обработки при постоянном усилии сжатия  $P$ , так и с увеличением усилия сжатия при одинаковой длительности сварки. Длительность процесса оказывает большее влияние на  $p$  и  $\varepsilon$ : минимальные значения  $p$  и  $\varepsilon$  достигаются при режиме УЗС  $P=6$  кН,  $\tau=2$  с, а максимальные - при  $P=6$  кН,  $\tau=3$  с.

Таблица 5.1 - Влияние условий УЗС на линейную плотность соединения ( $p$ , %) и деформацию сжатия ( $\varepsilon$ , %)

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

На рисунке 5.3а видно, что в центральной зоне соединения имеет место существенное укрупнение зерен. На периферии, при сравнительно небольших увеличениях микроскопа, структурные изменения не видны (рисунок 5.3б), но, как будет показано в разделе 5.2.2, они тоже весьма значительные. Слой материала, в котором после УЗС микроструктура существенно отличалась от микроструктуры исходного листа, можно назвать зоной термомеханического влияния (ЗТМВ), так как структурные изменения в ней происходили, очевидно, под влиянием локального разогрева и сдвиговой знакопеременной деформации в приконтактных слоях листов.

## 5.2 Микроструктура и микротекстура соединений

### 5.2.1 Микроструктура в исходном состоянии

Изображения микроструктуры в поперечном сечении исходного листа титана представлены на рисунке 5.4. Видно, что микроструктура состояла из равноосных зерен, средний размер которых равен  $6,8 \pm 0,3$  мкм.

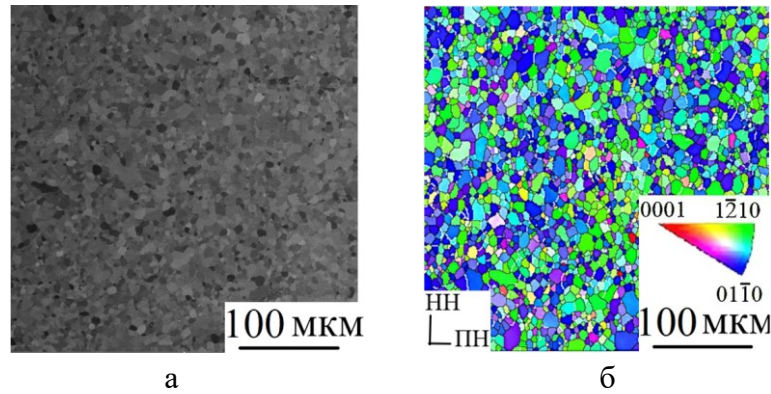


Рисунок 5.4 - Микроструктура исходного листа: (а) – BSE-изображение, (б) – ориентационная карта. Цвета на ориентационных картах соответствуют определенным ориентациям кристаллов согласно легенде [189]

### 5.2.2 Центральная область соединений

На рисунке 5.5 представлены ориентационные карты микроструктуры, полученные с центральных областей сварных соединений. Видно, что в зонах, прилегающих к наковальне и сварному наконечнику (то есть выше и ниже ЗТМВ), микроструктура близка к микроструктуре исходного листа (см. рисунок 5.4). Средний размер зерен в этих зонах составляет  $d=7,0\pm 0,3$  и  $d=9,0\pm 0,5$  мкм после УЗС в течение 2 и 3 секунд, соответственно.

В ЗТМВ сформировалась бимодальная микроструктура, где около 70% объема материала занимают крупные зерна с размерами от 30 до 130 мкм, имеющие развитую субструктуру и криволинейные границы. Между крупными зернами расположены мелкие - по одному или группами (рисунок 5.5). Мелкие зерна, имеющие размеры до 10 мкм, занимают около 10% объема, однако частота их появления превышает 50%. Типичные распределения размеров зерен в ЗТМВ и в прилегающих областях показаны на рисунке 5.6. Структура, сформировавшаяся в центральной области ЗТМВ, обеспечивает повышение микротвердости HV с 158 в исходном листе до 220 в центре ЗТМВ (рисунок 5.7).

Различия в цветовой гамме на ориентационных картах в зоне термомеханического влияния и прилегающих областей свидетельствуют об изменении микротекстуры после УЗС. На рисунке 5.8 представлены прямые полюсные фигуры исходного листа и сварного соединения, наблюдаемые с плоскостей поперечного сечения листа и сварного соединения. Микротекстура исходного листа (рисунок 5.8а) типична для титана, подвергнутого прокатке и последующему отжигу: базисные плоскости (0001) повернуты на 20-40° относительно плоскости листа вокруг направления прокатки (НП) [191]. После сварки в участках, прилегающих к наковальне и сварочному наконечнику, эта микротекстура сохраняется. Однако деформация приводит к рассеянию максимумов (рисунок 5.8б).

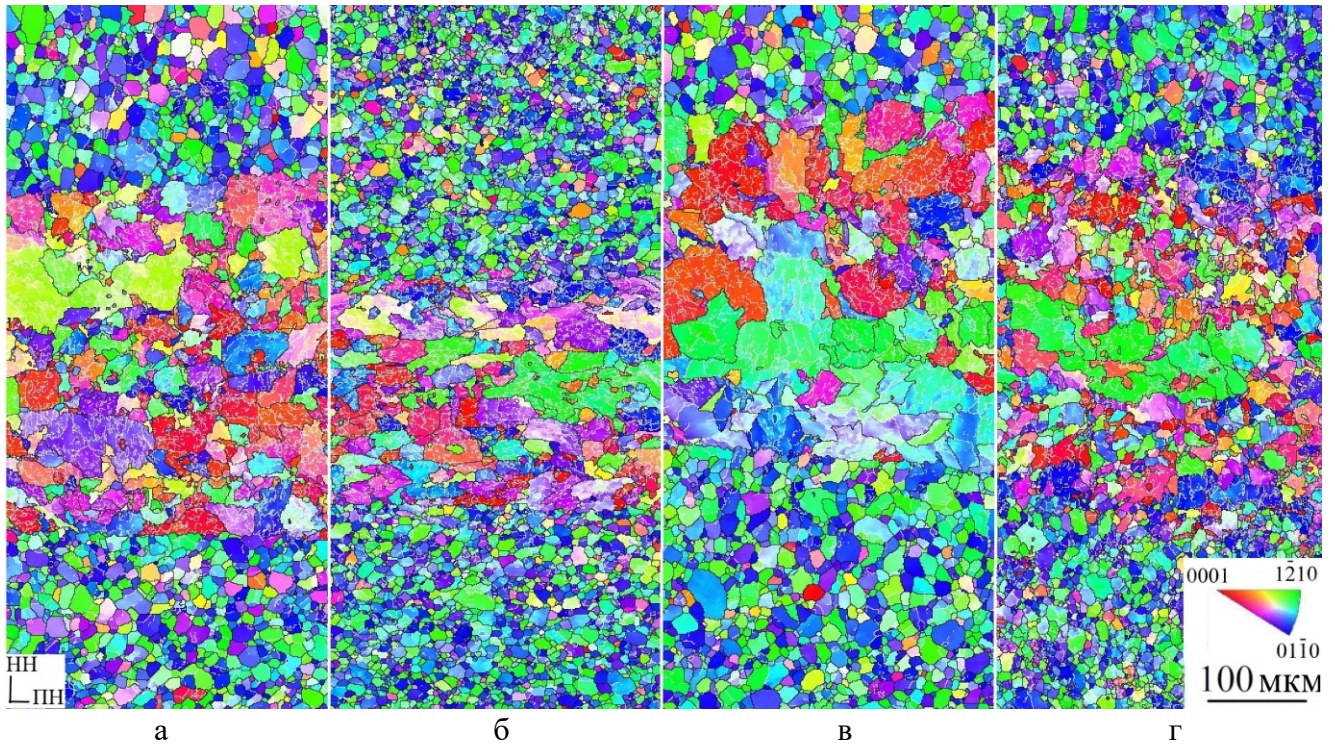


Рисунок 5.5 - Ориентационные карты, снятые с центральных зон сварных соединений, полученных УЗС: (а)  $P=5$  кН,  $\tau=3$  с; (б)  $P=6$  кН,  $\tau=2$  с; (в)  $P=6$  кН,  $\tau=3$  с; (г)  $P=7$  кН,  $\tau=2$  с.

Цвета на ориентационных картах соответствуют определенным ориентациям кристаллов согласно легенде. МУГ и БУГ обозначены, соответственно, белыми и черными линиями [189]

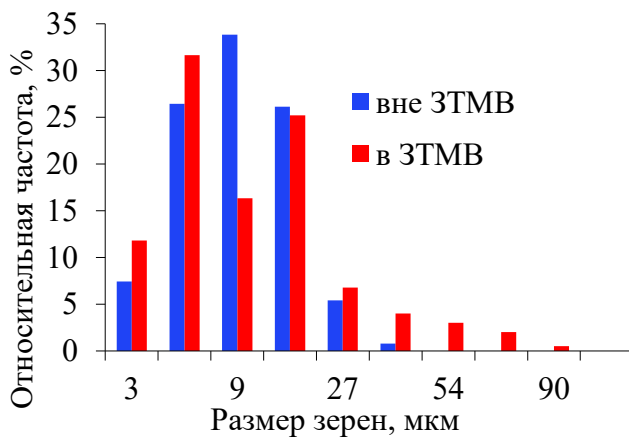


Рисунок 5.6 - Типичные распределения размеров зерен в ЗТМВ и в прилегающих областях [189]

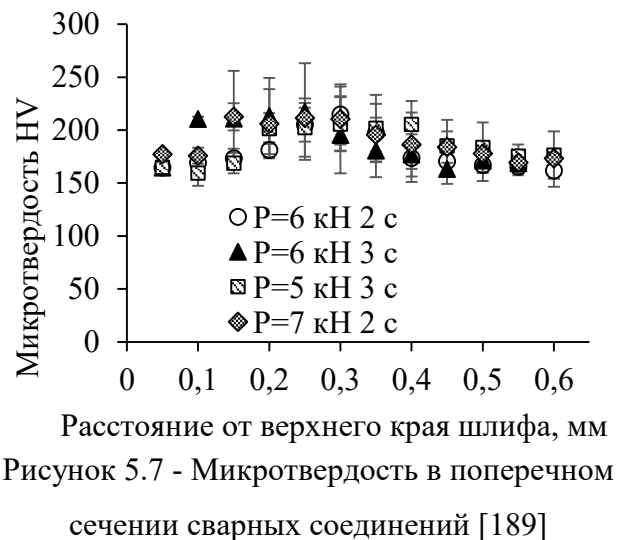


Рисунок 5.7 - Микротвердость в поперечном сечении сварных соединений [189]

В ЗТМВ микротекстура качественно отличается (рисунок 5.8в). На прямых полюсных фигурах наблюдается несколько острых максимумов, которые соответствуют четырем различным типам текстуры симметричной гексагональной плотноупакованной структуры. Базисные полюса параллельны направлениям НП и нормали к плоскости листа (НН), а также отклонены от них на  $60^\circ$ . Направление  $\langle 1\bar{2}10 \rangle$  совпадает с направлением вибрации, или

отклонено от него на угол  $60^\circ$  вокруг НП. Согласно [192], подобная микротекстура характерна для  $\alpha$  зерен титана, сформировавшихся в пределах одного матричного  $\beta$ -зерна в результате полиморфного  $\beta \rightarrow \alpha$  превращения в соответствии с ориентационным соотношением Бюргера [193].

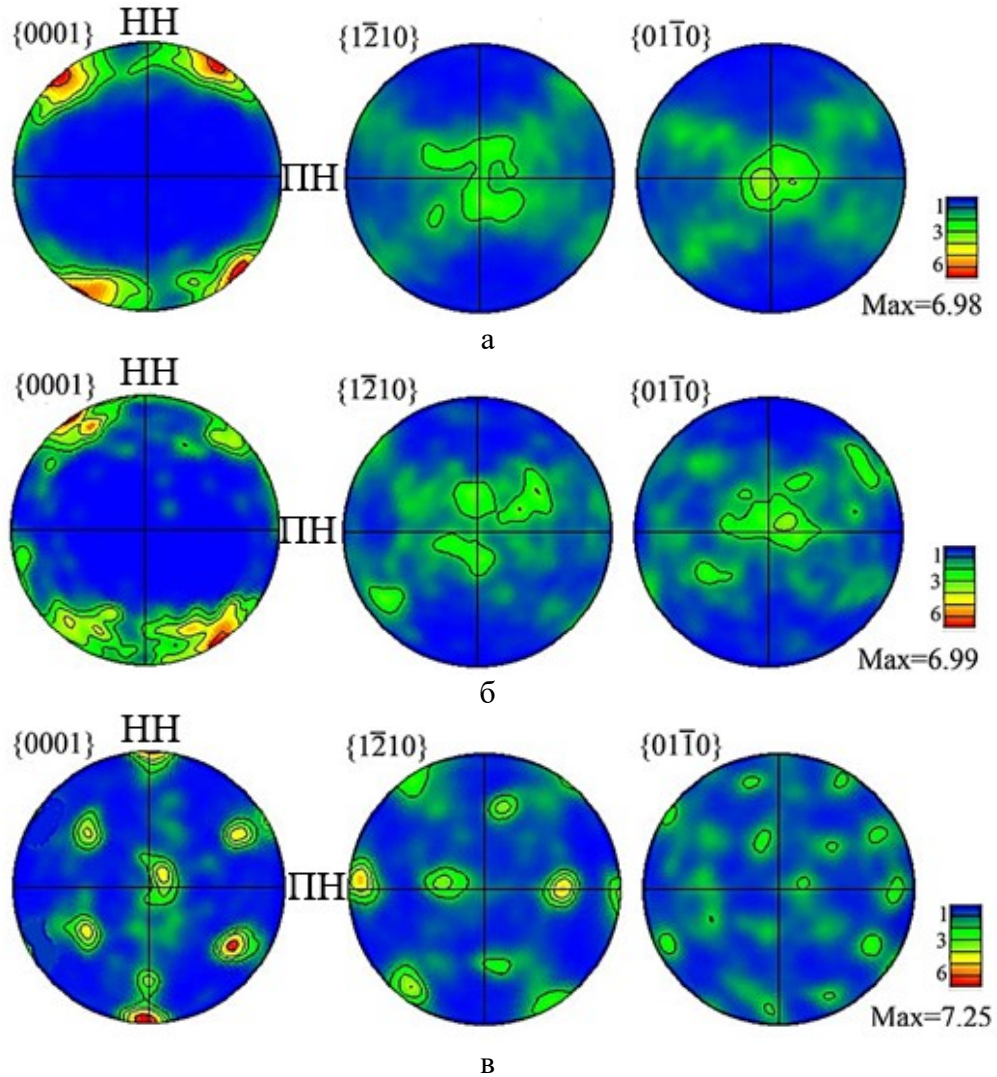


Рисунок 5.8 - Прямые полюсные фигуры исходного листа (а), верхнего приваренного листа выше ЗТМВ (б) и ЗТМВ соединения, полученного УЗС при  $P=6$  кН,  $\tau=2$  с (в) [189]

Спектры разориентировок границ в исходном листе и ЗТМВ также существенно отличаются. Если в исходном листе доля БУГ достигает 90% (рисунок 5.9), и их распределение по углам относительно однородно (рисунок 5.10), то после УЗС в ЗТМВ доли мало- и большеугловых границ близки (рисунок 5.9), и в спектрах разориентировок присутствуют острые максимумы в окрестности углов  $60^\circ$  и  $90^\circ$  (рис. 5.10). Доля этих  $60^\circ$ -ти и  $90^\circ$  градусных границ в спектре БУГ составляет 40-48 и 9-11%, соответственно.

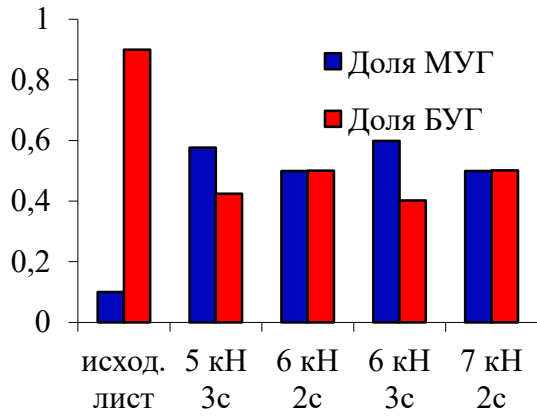


Рисунок 5.9 - Доля БУГ и МУГ в исходном листе и в центральной области ЗТМВ соединений, полученных УЗС [189]

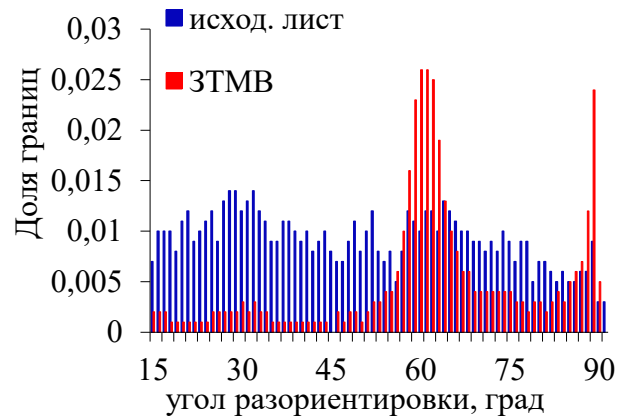


Рисунок 5.10 - Типичное распределение БУГ по углам разориентировок в исходном листе и в центральной области ЗТМВ соединений, полученных УЗС [189]

Одной из причин их появления может быть двойникование, которое развивается при деформации титана. Характеристики двойниковых границ, присутствующих в титане, были перечислены авторами работ [191, 194] и приведены в таблице 5.2. Доли двойниковых границ в спектре разориентировок БУГ в ЗТМВ сварных соединений показаны в последнем столбце таблицы. Видно, что суммарная доля двойниковых границ с углами разориентировки в окрестности  $57-65^\circ$  и  $85-90^\circ$  не превышает 12%. Следовательно, они вносят незначительный вклад в формирование наблюдаемых пиков.

Другой причиной появления этих пиков является  $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha(\alpha')$ -превращение, когда в матричном  $\beta$ -зерне между  $\alpha$ -колониями образуются границы с преимущественной разориентацией. В работах [192, 195] показано, что в этом случае оси разориентации  $60^\circ$  и  $90^\circ$ -х границ образуют характерные кластеры на стереографических треугольниках вблизи полюса  $\langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$ , а оси разориентации  $10^\circ$ -х границ - вблизи полюса  $\langle 0001 \rangle$ . Такие же кластеры на стереографических треугольниках наблюдаются для соответствующих границ зерен в ЗТМВ сварных соединений (рисунок 5.11).

Таким образом, анализ структурных изменений при УЗС позволяет предположить, что в процессе сварки титан испытывает обратимое  $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$  фазовое превращение в центральной области зоны термомеханического воздействия.

Таблица 5.2 - Характеристики некоторых двойниковых границ в титане

Граница зерен	Угол разориентации	Ось разориентации	Семейство двойникового	Доля двойниковых границ в спектре разориентировок БУГ в ЗТМВ
7b	64,62°	$[10\bar{1}0]$	$\{11\bar{2}2\}\langle 11\bar{2}3\rangle$	0,93
11a	35,10°	$[10\bar{1}0]$	$\{11\bar{2}1\}\langle \bar{1}\bar{1}26\rangle$	0,23
11b	84,78°	$[2\bar{1}\bar{1}0]$	$\{10\bar{1}2\}\langle \bar{1}011\rangle$	5,50
13b	57,42°	$[2\bar{1}\bar{1}0]$	$\{10\bar{1}1\}\langle \bar{1}012\rangle$	4,28
13c	76,66°	$[10\bar{1}0]$	$\{11\bar{2}4\}\langle \bar{2}\bar{2}43\rangle$	0,04
19c	86,98°	$[10\bar{1}0]$	$\{11\bar{2}3\}\langle \bar{1}\bar{1}22\rangle$	0,12

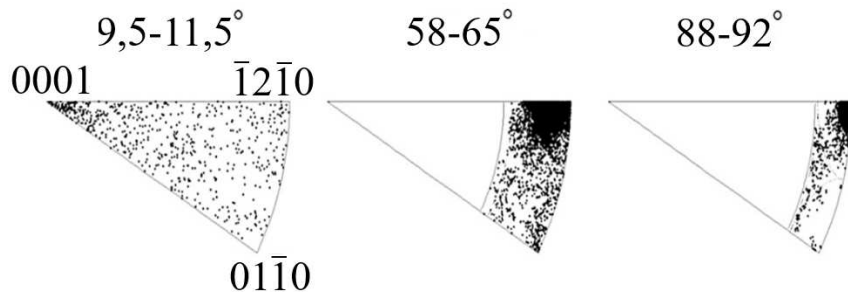


Рисунок 5.11 - Расположение осей разориентаций границ с углами разориентаций, близких к 10°, 60°, 90°, на стереографическом треугольнике в ЗТМВ соединения, полученного УЗС при  $P=6$  кН,  $t=3$ с [189]

### 5.2.3 Периферийная область соединений

Микроструктура в периферийной области сварного соединения существенно отличается от описанной выше (рисунок 5.12а). На ориентационных картах в зоне соединения большая часть зерен имеет вытянутую форму (рисунок 5.12). На шлифе такие зерна образуют слой длиной около 0,9-1,3 мм и шириной 100-150 мкм. На картах микроструктуры наблюдаются изогнутые полосы сдвига (обведены пунктирными линиями на рисунке 5.12б, в). Они присутствуют как непосредственно в зоне соединения, так и в областях, прилегающих к этой зоне. Эти полосы сдвига в зоне соединения огибают «островки» равноосных произвольно ориентированных зерен, многие из которых не содержат изгибных контуров и МУГ (рисунок 5.12б, в). Микротекстура в этой области типична для сдвиговой деформации [196, 197]: направление  $\langle 1\bar{2}10 \rangle$  и плоскость  $\{10\bar{1}0\}$  преимущественно совпадают, соответственно, с направлением и плоскостью локального сдвига (рисунок 5.13). В спектре разориентировок

границ зерен доля БУГ составляет 50-55%, пики в окрестностях  $60^\circ$  и  $90^\circ$  отсутствуют (рисунок 5.14).

Наблюдаемые структурные различия в центральной и периферийной зонах соединения, вероятнее всего, связаны с неоднородностью распределения температуры по плоскости и глубине сварного соединения. По этой причине ЗТМВ имеет форму двояковыпуклой линзы, что согласуется с результатами моделирования температурного поля в зоне соединений [41, 198] и с экспериментальными данными, представленными в [46].

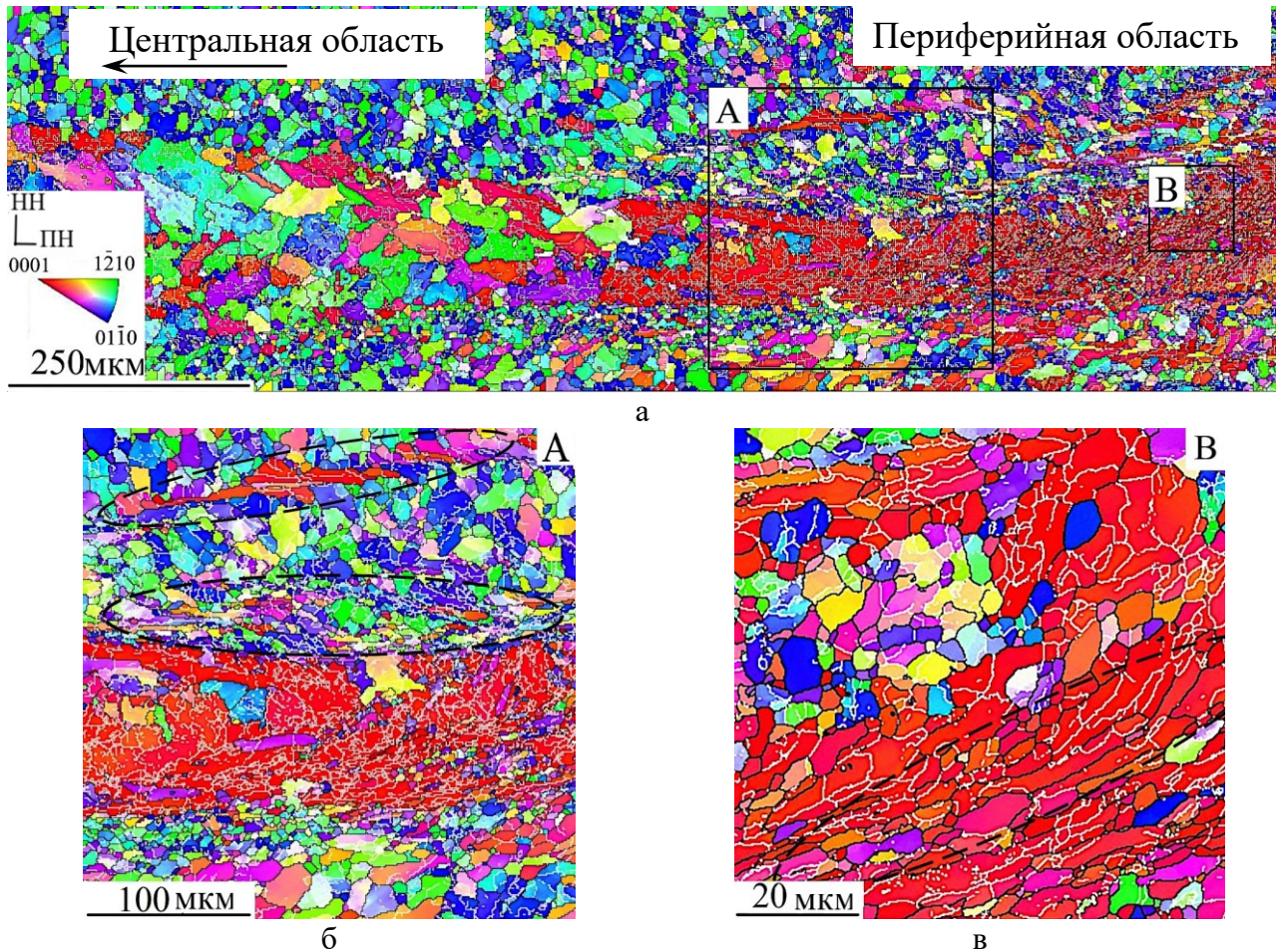


Рисунок 5.12 - Карта ориентации кристаллов в сварном соединении, включая участки центральной и периферийной зон (а), карты ориентации кристаллов в области А (б) и В (в). Цвета на ориентационных картах соответствуют определенным ориентациям кристаллов согласно легенде. МУГ и БУГ обозначены, соответственно, белыми и черными линиями



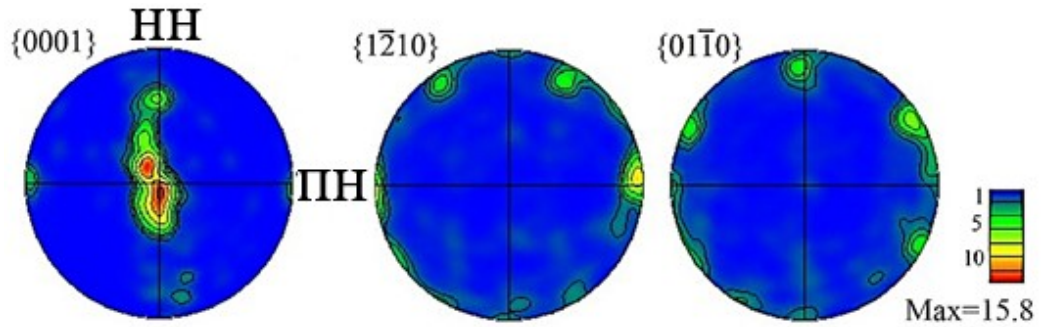


Рисунок 5.13 - Прямые полюсные фигуры, соответствующие области В на рисунке 5.11

[189]

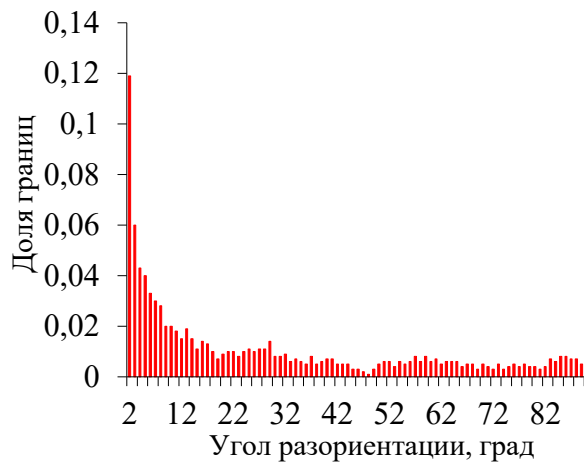


Рисунок 5.14 - Распределение границ зерен по углам разориентации в области В на рисунке

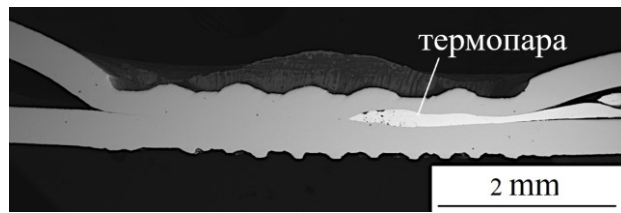
5.12 [189]

### 5.3 Измерение температуры

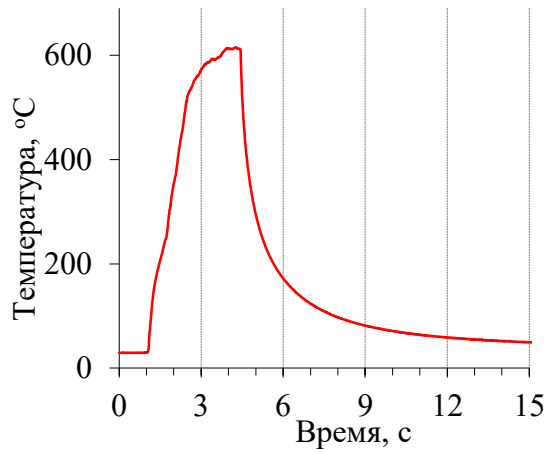
Было предпринято несколько попыток измерения температуры в зоне сварки в процессе УЗС. При проведении измерений термопару типа К толщиной 0,5 мм располагали между свариваемыми листами, как показано на рисунке 5.15а. Максимальная измеренная температура не превысила 650°C (рисунок 5.15б). Эта температура почти на 250°C ниже температуры полиморфного превращения титана, протекающего при нормальном давлении и медленном нагреве.

При сварке с расположенной между листами термопарой микроструктура в сварном соединении существенно не отличалась от микроструктуры исходного листа (рисунок 5.16а, б). Наблюдалось лишь незначительное увеличение доли МУГ. По-видимому, наличие термопары между листами при сварке существенно нарушило условия передачи колебаний (условия контакта, трения, теплопроводности). Но даже при этих условиях, как видно, нагрев в процессе УЗС происходит весьма интенсивно. Отметим, что отсутствие роста зерен при кратковременном нагреве титана до 650°C является закономерным [199, 200], следовательно,

микроструктурные изменения в зоне соединения могут адекватно отражать распределение температуры при УЗС.

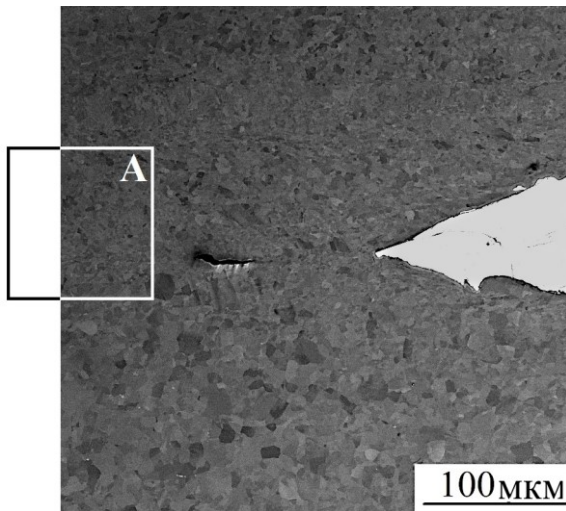


а

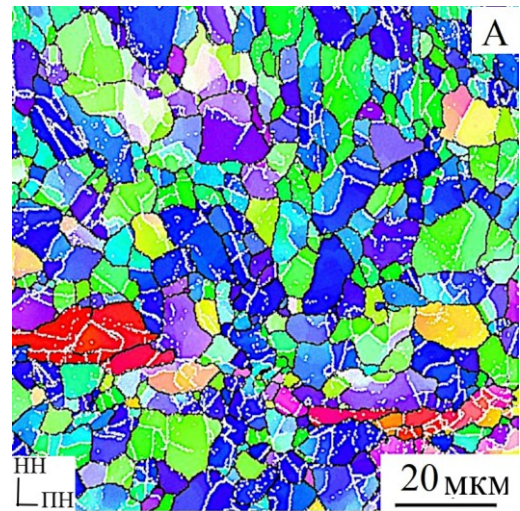


б

Рисунок 5.15 - Расположение термопары при измерении температуры (а) и график изменения температуры при УЗС (б) [189]



а



б

Рисунок 5.16 - Изображение в BSE-режиме (а) и карта ориентации кристаллов области А (б) сварного соединения, полученная при УЗС с измерением температуры [189]

## 5.4 Прочность на срез и типы разрушения соединений

Описанные в предыдущем разделе результаты показали, что при всех исследованных режимах сварки структурные изменения в ЗТМВ качественно схожи. Отличаются размеры этих зон, линейная плотность соединений и величина деформации листов, что, вероятно, оказало основное влияние на прочность полученных соединений.

Результаты испытаний сварных соединений на срез представлены в таблице 5.3. В последнем столбце приведены данные, полученные после испытаний соединений тех же титановых листов, полученных контактной точечной сваркой. Видно, что УЗС действительно может обеспечивать получение соединений, прочность которых близка к прочности соединений, полученных точечной сваркой. Минимальное и максимальное усилие разрушения достигается при испытании образцов, полученных при сжимающем усилии  $P=6$  кН в течение 2 и 3 с, соответственно. Увеличение длительности ультразвукового воздействия привело не только к увеличению усилия разрушения, но и к изменению типа разрушения. При режимах сварки  $P=5$  кН,  $\tau=3$  с и  $P=7$  кН,  $\tau=2$  с усилия разрушения имеют промежуточные значения, а разрушение образцов происходило как между листами, так и с отрывом точки. Во всех случаях «отрыв» происходит в привариваемом листе, сечение которого уменьшилось после УЗС (таблица 5.1).

Таблица 5.3 - Усилие (Н) и типы разрушения при испытаниях на срез

$P, \text{ кН}$ $\tau, \text{ с}$	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 рисунке 5.17 представлены изображения поверхности разрушения и микрорельеф зоны схватывания образца, разрушившегося по границе между листами. Видно, что участок непровара *A* имеет гладкую поверхность, а зона соединения *B* имеет развитый рельеф. В зоне схватывания видны ямки, вытянутые в направлении растяжения образца, вторичные трещины и фрагменты с бороздками, параллельными направлению растяжения. Ямочный рельеф поверхности излома характерен для вязкого разрушения. Фрагменты с бороздками могли появиться во время испытаний на срез в результате абразии микронеровностями поверхностей контакта на последних стадиях растяжения [47].

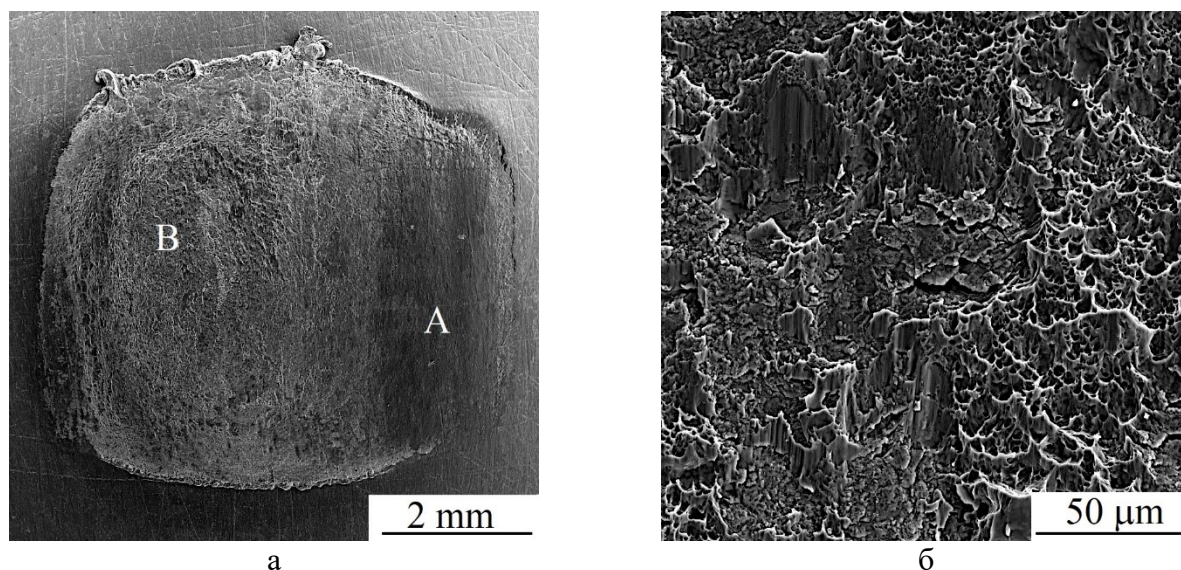


Рисунок 5.17 - Вид поверхности разрушения (а) и микрорельеф поверхности зоны схватывания (б) образца, полученного УЗС при  $P=6$  кН,  $\tau=2$  с (направление растяжения вертикально, направление ультразвуковых колебаний горизонтально) [189]

### 5.5 Схема эволюции микроструктуры в процессе ультразвуковой сварки

Микроструктурные изменения, происходящие при УЗС металлов, зависят от многих факторов: амплитуды (или мощности) ультразвука, статического усилия прижима, времени сварки, состояния поверхностей наковальни, сварочного наконечника и соединяемых листов и т.д. Как показали многочисленные исследования, наиболее важными среди них являются мощность и время сварки, определяющие в совокупности вводимую энергию. В зависимости от этой величины, УЗС условно подразделяется на низкоэнергетическую и высокоэнергетическую сварку [42]. При относительно низких энергиях УЗС листов Al6111 [46], а также сплава Al6022-T43 [47] вблизи границы сварного соединения наблюдался тонкий слой с мелкозернистой структурой. В работе [43] также сообщалось об аналогичных изменениях микроструктуры после сварки медных листов. Образование мелких зерен связывают с динамической рекристаллизацией, которая происходит за счет высокоскоростной пластической деформации при относительно низкой температуре. С увеличением энергии (времени сварки) наблюдается тенденция к увеличению среднего размера зерна в зоне сварки. В этих условиях формируется неоднородная структура, состоящая из смеси крупных и относительно мелких зерен. Дальнейшее увеличение энергии сварки может привести к быстрому росту зерна по всему шву и значительному укрупнению структуры по всему свариваемому образцу [46, 144, 201].

Структурные изменения в титане после УЗС, наблюдаемые в данной работе, согласуются с этой тенденцией. С увеличением времени сварки увеличивается размер зерна в областях,

прилегающих к наковальне и сварочному наконечнику, а также ширина ЗТМВ. Однако развитие  $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ -превращения в титане при УЗС приводит к формированию микроструктуры, не типичной для металлов и сплавов без полиморфного превращения. Представленные выше результаты структурных наблюдений позволяют предложить схему структурных изменений, обусловленных увеличением степени накопленной деформации и изменением температуры в зоне контакта в ходе УЗС титана. Эта схема представлена на рисунке 5.18 и описана ниже.

На рисунке 5.17а схематически показано типичное изменение температуры во времени при УЗС. Аналогичные кривые наблюдались при УЗС Ti [56], в процессе сварки сплава Al 6111-T4 [46], а также разнородных металлов Al-Ni [202], Al-стали [203] или Al-Ti [50, 147]. В характерные временные и температурные интервалы, указанные на этом графике, происходят следующие структурные изменения:

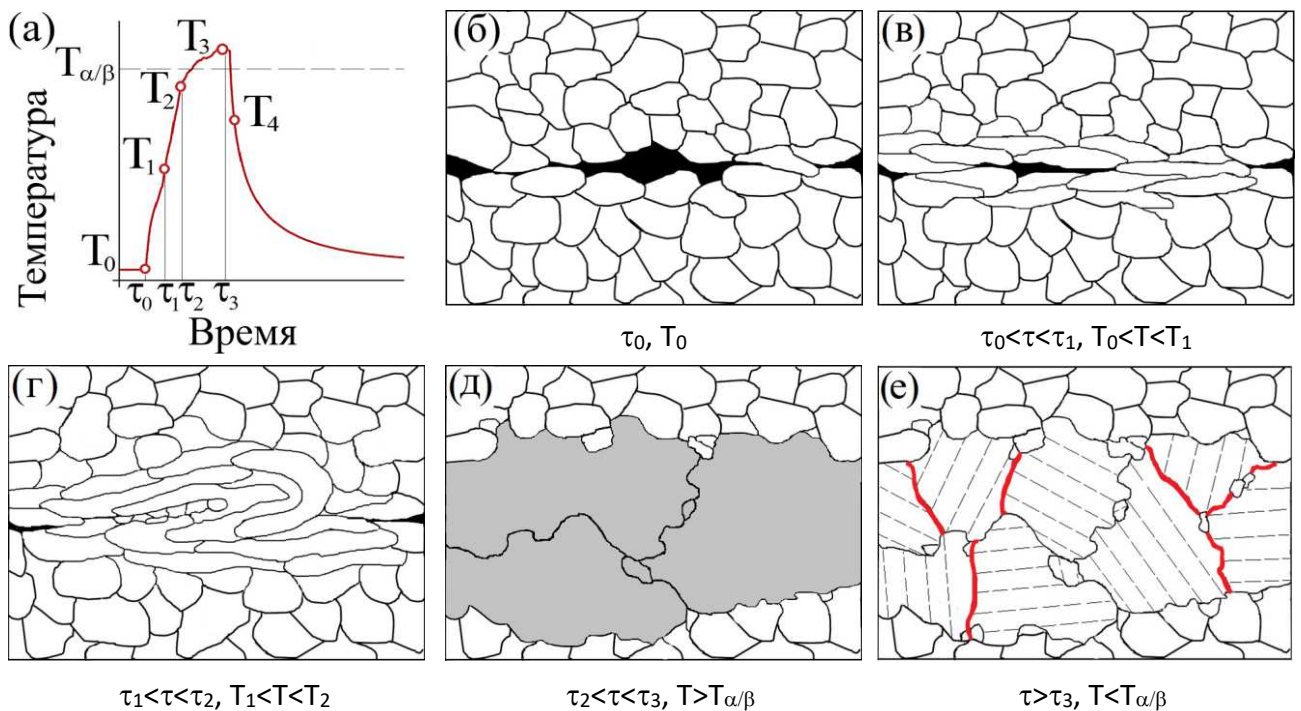


Рисунок 5.18 - Схематическое изображение изменения температуры (а) и структурных превращений (б-е) при УЗС титана. Черными линиями показаны БУГ со случайной разориентацией, красными линиями — БУГ с разориентациями около  $60^\circ$  и  $90^\circ$ , серыми пунктирными линиями — МУГ в  $\alpha$ -колониях,  $\beta$ -зерна окрашены в серый цвет [189]

I. Микроструктура титана в исходном состоянии, то есть в момент времени  $\tau_0$  и температуре окружающей среды  $T_0$ , схематично показана на рисунке 5.18б. При температуре окружающей среды усилие сжатия, приложенное к листам, может привести лишь к незначительной деформации неровностей контактирующих поверхностей и не вызывает существенных структурных изменений до начала действия ультразвука.

II. На ранней стадии УЗС ( $\tau_0 - \tau_1$ ) после удаления естественной оксидной пленки на поверхностях контакта возникают точки схватывания. 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 (рисунок 5.18в).

III. Точки схватывания являются очагами локализации сдвиговой деформации, что приводит к образованию вокруг этих точек искривленных деформационных полос (рисунок 5.18г) и к формированию острой кристаллографической текстуры. Подобная структура наблюдается на периферии соединения и показана на рисунке 5.12б, в. Мы полагаем, что такая структура формируется в период  $\tau_1 - \tau_2$  в интервале температур  $T_1 - T_2$ , где  $T_2$  уже достаточна для миграции  $\alpha/\alpha$  границ, но ниже  $T_{\alpha/\beta}$ . В этом интервале температур возможны и образование, и рост  $\alpha$ -зерен (рисунок 5.12б), при этом продолжающаяся деформация обеспечивает высокую плотность дислокаций и их скоплений. Чем ближе  $T_2$  к  $T_{\alpha/\beta}$ , тем больше вероятность укрупнения  $\alpha$  зерен. Рост температуры в зоне контакта приводит к снижению напряжения течения и повышению пластичности  $\alpha$ -титана, поэтому площадь схватывания между листами возрастает. Однако при этом уменьшается вклад поверхностного трения в генерацию тепла, и рост температуры в зоне соединения замедляется.

IV. Когда температура в зоне соединения превысит  $T_{\alpha/\beta}$ , произойдет полиморфное  $\alpha \rightarrow \beta$  превращение. Результаты исследований позволяют предположить, что в условиях проведенных экспериментов такая температура достигалась в центральной области соединения. Высокая скорость диффузии в объемно-центрированной кубической решетке  $\beta$ -титана (по сравнению с ГПУ решеткой  $\alpha$ -титана) [199] обеспечивает быструю миграцию  $\beta/\beta$  границ. Миграция границ и высокоскоростная знакопеременная сдвиговая деформация могут приводить к искривлению границ  $\beta$ -зерен и образованию новых мелких зерен вблизи границ и тройных стыков. Одновременно внутри деформированных крупных  $\beta$ -зерен развивается субзеренная структура (на рисунке 5.18д дислокации и субзеренная структура не показаны). Напряжение течения  $\beta$ -титана ниже, а пластичность выше, чем у  $\alpha$ -титана [200]. Это способствует залечиванию пор и несплошностей в зоне контакта и образованию качественного соединения.

V. 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 Бюргера, границы между  $\alpha$ -колониями, растущими в каждом матричном  $\beta$ -зерне, имеют преимущественные разориентировки (близкие к 10, 60 и 90°), которые показаны красными линиями на рисунке 5.18е и описаны выше в разделе 5.2.1. При охлаждении в деформированном

материале развиваются релаксационные процессы [204], 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 малоугловые границы [198, 205]. Названные обстоятельства обеспечивают высокую долю МУГ в ЗТМВ сварного соединения титана.

Утверждение о протекании  $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$  превращения при УЗС титана основано на данных о микроструктуре, микротекстуре и спектрах разориентировок границ зерен, хотя и не подтверждено прямыми измерениями температуры. Аналогичный вывод был сделан авторами работы [155], которые методами оптической микроскопии исследовали микроструктуру после УЗС листов титанового сплава С-110М с температурой  $\beta/\alpha$  перехода  $760^\circ\text{C}$ . Можно предположить, что чрезвычайно высокая концентрация вакансий, генерируемых в процессе УЗС, как отмечено в [44], может не только существенно ускорить развитие диффузионных процессов, но и привести к снижению температуры фазового перехода, как показали в [138].

## 5.6 Выводы по главе

1) Ультразвуковая сварка позволяет получать прочные твердофазные соединения листов технически чистого титана. При сварке образуется зона термомеханического воздействия, что связано с интенсивным трением, высокоскоростной пластической деформацией и нагревом в процессе сварки.

2) Наиболее качественное бездефектное соединение формируется в центральной области зоны термомеханического воздействия. Длина и ширина этой зоны увеличиваются с увеличением усилия сжатия и времени сварки. Последнее оказывает большее влияние на линейную плотность бездефектного соединения и величину деформации сжатия.

3) В центральной области зоны термомеханического влияния формируется бимодальная микроструктура, которая состоит из субструктурированных крупных зерен размером от 30 до 130 мкм и мелких зерен размером менее 10 мкм, расположенных между крупными зернами. Структурные изменения приводят к увеличению микротвердости в этой зоне. На прямых полюсных фигурах компоненты микротекстуры, характерные для прокатанного титанового, заменяют компоненты, характерные для  $\alpha$ -зерен титана, образующихся внутри матричного  $\beta$ -зерна через ориентационное соотношение Бюргерса. В спектрах разориентировок большеугловых границ зерен появляются максимумы в окрестностях углов  $60$  и  $90^\circ$ . Наблюдаемые структурные изменения можно описать с помощью схемы,

основанной на предположении, что в процессе сварки титан испытывает обратимое  $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$  фазовое превращение в центральной области зоны термомеханического воздействия.

4) Структурные изменения в периферийной зоне свидетельствуют о том, что температура в ней не достигает температуры  $\alpha \rightarrow \beta$ -превращения, и в основном определяются интенсивной сдвиговой деформацией при высоких температурах в области  $\alpha$ -фазы, что приводит к образованию острой текстуры сдвига.

5) Максимальное усилие разрушения при испытаниях на срез сварных соединений немного растёт с увеличением усилия сжатия и времени сварки. Минимальное и максимальное усилие разрушения достигается при испытании образцов, полученных при  $P=6$  кН в течение 2 и 3 с, соответственно. При этом тип разрушения «между листами» меняется на «отрыв сварной точки» с увеличением усилия сжатия и времени сварки. Данные по прочности соединения и модам разрушения согласуются со значениями линейной плотности соединений и деформации сжатия. Изменяя режимы сварки в более широком интервале, можно попытаться получить бездефектные соединения без чрезмерной деформации привариваемого листа.



## ОСНОВНЫЕ 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.

## СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ

- БУГ – большеугловые границы;
- ГПУ – гексагональная плотноупакованная (решетка);
- ГЦК – гранецентрированная кубическая (решетка);
- ЗТМВ – зона термомеханического влияния;
- ИПД – интенсивная пластическая деформация;
- КВД – кручение под высоким давлением;
- ММД – метод молекулярной динамики;
- МУГ – малоугловые границы;
- НН – направление нормали;
- НП – направление прокатки;
- ОКР – область когерентного рассеяния;
- ПН – поперечное направление;
- ПЭМ – просвечивающая электронная микроскопия;
- РКУП – равноканальное угловое прессование;
- РСА – рентгеноструктурный анализ;
- СПД – сверхпластическая деформация;
- УЗО – ультразвуковая обработка;
- УЗС – ультразвуковая сварка;
- УМЗ – ультрамелкозернистый;
- BSE - back scattered electrons;
- EBSD - electron back scatter diffraction;
- SE – secondary electrons.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- [1] Российская Федерация. Президент (2008 — 2012; Д. А. Медведев). Об утверждении приоритетных направлений развития науки, технологий и техники в Российской Федерации и перечня критических технологий Российской Федерации: Указ Президента Российской Федерации от 07.07.2011 г. №899 / Российская Федерация. Президент (2008 — 2012 ; Д. А. Медведев). — Текст: непосредственный // Собрание законодательства Российской Федерации. — 2011. — № 28. — Ст. 4168.
- [2] Gomez, I. V. Ultrasonic Treatment as the Route for Grain Refinement of Mg-Al Alloys: A Systematic Review / I. V. Gomez, H. Puga, J. L. Alves // *Metals*. - 2021. - V. 11. - № 10. - 1529.
- [3] A comparative study of the role of solute, potent particles and ultrasonic treatment during solidification of pure Mg, Mg–Zn and Mg–Zr alloys / Balasubramani N., Wang G., Easton M. A. [etc.] // *Journal of Magnesium and Alloys*. - 2021. - V. 9. - № 3. - P. 829-839.
- [4] Hierarchical refinement of primary phases in a multicomponent Al-14Si-CuNiMg casting alloy by ultrasonic melt treatment / Jo M., Cho Y., Lee J. [etc.] // *Materialia*. - 2021. - V. 16. - 101070.
- [5] Effects of ultrasonic surface treatment on the structure and properties of polycrystalline and nanostructured titanium / Yu. R. Kolobov, O. A. Kashin, E. F. Dudarev, G. P. Grabovetskaya // *Russian Physics Journal*. - 2000. - V. 9. - № 9. - P. 754-758.
- [6] Panin, A. V. The influence of the initial structural state of armco iron on the ultrasonic treatment effect / A. V. Panin, M. S. Kazachenok, Yu. I. Pochivalov // *Russian Physics Journal*. - 2009. - V. 52. - № 1. - P. 85-93.
- [7] Transformations of the Microstructure and Phase Compositions of Titanium Alloys during Ultrasonic Impact Treatment. Part I. Commercially Pure Titanium / Panin A., Dmitriev A., Nikonov A. [etc.] // *Metals*. - 2021. - V. 11. - № 4. - 562.
- [8] Mechanical property enhancement in gradient structured aluminum alloy by ultrasonic nanocrystalline surface modification / Oh J., Park H., Gwak M. [etc.] // *Materials Science and Engineering: A*. - 2021. - V. 812. - 141101.
- [9] Biront, V. S. Effect of low-temperature ultrasonic treatment on the properties of steel 12Kh18N10T / V. S. Biront, V. A. Sushchikh, F. K. Sidorov // *Metal Science and Heat Treatment*. - 1980. - V. 2. - P. 47-48.
- [10] Influence of high-intensity ultrasound on grain refining performance / Han Y., Li K., Wang J. [etc.] // *Materials Science and Engineering A*. - 2005. - V. 405. - P. 306-3012 .

- [11] Lutsyak, V. G. Effect of ultrasonic treatment on tempering of carbon steel / V. G. Lutsyak, D. A. Tursunov, N. P. Kuleshova // *Metal Science and Heat Treatment*. - 1964. - V. 10. - P. 57-58.
- [12] Самоорганизация дислокаций в ультразвуковом поле // Бушуева Г. В., Зиненкова Г. М., Тяпунина Н. А. [и др.] // *Кристаллография*. - 2008. - Т. 53. - № 3. - С. 507-512.
- [13] Действие ультразвука на дислокационную структуру и механические свойства молибдена / Ковш С. В., Котко В. А., Полоцкий И. Г. [и др.] // *Физика металлов и металловедение*. - 1973. - Т. 35. - № 6. - С. 1199-1205.
- [14] Tyapunina, N. A. Dislocation multiplication in Alkali Halide Crystals Exposed to Ultrasonic Waves / N. A. Tyapunina, G. M. Zinenkova, E. V. Shtrom // *Physica Status Solidi (a)*. - 1978. - V. 46. - P. 327-336.
- [15] Tyapunina, N. A. Excess concentration of point defects in Alkali Halide crystals exposed to ultrasonic waves / N. A. Tyapunina, Yu. A. Ivashkin // *Physica Status Solidi (a)*. - 1983. - V. 79. - P. 351-359.
- [16] Фокин, А. И. Численное исследование движения дислокационного триполя под воздействием осциллирующих напряжений / А. И. Фокин, Ш. Х. Ханнанов // *Численные методы в прикладной математике: Сборник статей*. Уфа: БФАН СССР. - 1985. - С. 111.
- [17] Murzaev, R. T. Drift of dislocation tripoles under ultrasound influence / R. T. Murzaev, D. V. Bachurin, A. A. Nazarov // *Ultrasonics*. - 2016. - V. 64. - P. 77-82.
- [18] Мулюков, Р. Р. Принципы получения ультрамелкозернистых материалов / Р. Р. Мулюков, Р. М. Имаев, А. А. Назаров // *Научно-технические ведомости СПбГПУ. Физико-математические науки*. - 2013. - № 4-1 (182). - С. 190-203.
- [19] Валиев, Р. З. Объемные наноструктурные металлические материалы / Р. З. Валиев, И. В. Александров. - М.: ИКЦ "Академкнига", 2007. - 398 с.
- [20] Strength and ductility-related properties of ultrafine grained two-phase titanium alloy produced by warm multiaxial forging / Zherebtsov S., Kudryavtsev E., Kostjuchenko S. [etc.] // *Materials Science and Engineering A*. - 2012. - V. 536. - P. 190-196.
- [21] Кайбышев, О. А. Пластичность и сверхпластичность металлов / О. А. Кайбышев. - М.: *Металлургия*, 1975. - 280 с.
- [22] Ti-6Al-4V alloy with an ultrafine-grained microstructure exhibiting low-temperature-high-strain-rate superplasticity / Matsumoto H., Yoshida K., Lee S.-H. [etc.] // *Materials Letters*. - 2013. - V. 98. - P. 209-212.

- [23] Low-temperature superplasticity of ultra-fine-grained Ti-6Al-4V processed by equal-channel angular pressing / Y. G. Ko, C. S. Lee, D. H. Shin, S. L. Semiatin // *Metallurgical and Materials Transactions A*. - 2006. - V. 37. - P. 381.
- [24] Microstructure evolution and mechanical behavior of ultrafine Ti-6Al-4V during low-temperature superplastic deformation / Zherebtsov S. V., Kudryavtsev E. A., Salishchev G. A. [etc.] // *Acta Materialia*. - 2016. - V. 121. - P. 152-163.
- [25] Сверхпластическое поведение ультрамелкозернистого сплава Ti-6Al-4V ELI, полученного интенсивной пластической деформацией / И. П. Семенова, Л. Р. Сайтова, Г. И. Рааб, Р. З. Валиев // *Физика и техника высоких давлений*, - 2006, - Т. 16, - № 4. - С. 84-89.
- [26] Самигуллина, А. А. Релаксация структуры никеля, полученного кручением под квазигидростатическим давлением, путем ультразвуковой обработки / А. А. Самигуллина, Р. Х. Хисамов, Р. Р. Мулюков // *Письма о материалах*. - 2012. - Т. 2. - № 3. - С. 134-138.
- [27] Effect of ultrasonic treatment on the strength and ductility of bulk nanostructured nickel processed by equal-channel angular pressing / Samigullina A. A., Nazarov A. A., Mulyukov R. R. [и др.] // *Reviews on Advanced Materials Science*. - 2014. - V. 39. - P. 14-34.
- [28] Effect of ultrasonic impact treatment on creep characteristics and evolution of Zr1Nb alloy nanostructure / Sokolenko V.I., Gorbatenko V.M., Karaseva E.V. [etc.] // *Functional Materials*. - 2018. - V. 25. - № 3. - P. 458-462.
- [29] Ultrasound influence on the creep nanostructured Zr / Sokolenko V.I., Gorbatenko V.M., Karaseva E.V. [etc.] // *Problems of Atomic Science and Technology*. - 2016. - V. 101. - № 1. - P. 41-44.
- [30] Modification of structure and properties of nanostructured vt1-0 titanium alloy under ultrasonic influence / Savchuk E.S., Sokolenko V.I., Karaseva E.V. [etc.] // *Problems of Atomic Science and Technology*. - 2022. - V. 140. - № 4. - P. 44-48.
- [31] Matheny, M. P. Ultrasonic welding of metals / M. P. Matheny, K. F. Graff // *Power Ultrasonics-Applications of High-intensity Ultrasound* / Eds. J. A. Gallego-Juárez, K. F. Graff. - Woodhead, Cambridge, 2015. - Ch. 11. - P. 259-293.
- [32] Hopkins, C. D. Statistical Characterization of Ultrasonic Additive Manufacturing Ti/Al Composites / C. D. Hopkins, M. J. Dapino, S. A. Fernandez // *Journal of Engineering Materials and Technology-transactions of The Asme*. - 2010. - V. 132. - № 4.- 041006.
- [33] Interface Microstructures and Bond Formation in Ultrasonic Consolidation / G. D. Janaki Ram, Y. Yang, C. Nylander, B. Aydelotte, B. E. Stucker, B. L. Adams // *In Proceedings of the 2007*

- International Solid Freeform Fabrication Symposium. - Austin, TX, USA, 5 September 2007. - P. 266–283.
- [34] Microstructural Characterization of Bonding Interfaces in Aluminum 3003 Blocks Fabricated by Ultrasonic Additive Manufacturing / Schick D. E., Babu S. S., Lippold J. C.[etc.] // *Welding Journal*. - 2010. - V. 89. - P. 105-115.
- [35] Силин, Л. Л. Ультразвуковая сварка / Л. Л. Силин, Г. Ф. Баландин, М. Г. Коган; под. ред. Н. Н. Рыкалина. - Москва: Машгиз, 1962. - 252 с.
- [36] Мицкевич, А. М. Ультразвуковая сварка металлов / А. М. Мицкевич // *Физические основы ультразвуковой технологии* / Под ред. Л. Д. Розенберга. - Москва: Наука, 1970. - Ч. 2. - С. 71-164.
- [37] Devine, J. Ultrasonic Welding / J. Devine // *ASM Handbook, Welding, Brazing, and Soldering*. - ASM International, USA, 1994. - V. 6. - P. 900-910.
- [38] Сагалевич, В. М. Механические свойства сварных соединений / В. М. Сагалевич // *Сварка в машиностроении: Справочник. В 4-х т.* / под ред. В. А. Винокурова. - М.: Машиностроение, 1979. - Гл. 3. - С. 43-80.
- [39] Sanga, B. Mechanism of Joint Formation and Characteristics of Interface in Ultrasonic welding: Literature Review / B. Sanga, R. Wattal, D. S. Nagesh // *Periodicals of Engineering and Natural Sciences (PEN)*. - 2018. - V. 6. - P. 107-119.
- [40] Ni, Z. L. Ultrasonic spot welding of aluminum alloys: a review / Z. L. Ni, F. X. Ye // *Journal of Manufacturing Processes*. - 2018. - V. 35 - P. 580–594.
- [41] Recrystallization Behavior of a Pure Cu Connection Interface with Ultrasonic Welding / Su Z., Zhu Z., Zhang Y. etc. // *Metals*. - 2021. - V. 11. - P. 61-77.
- [42] Bakavos, D. Mechanisms of joint and microstructure formation in high power ultrasonic spot welding 6111 aluminium automotive sheet / D. Bakavos, P. B. Prangnell // *Materials Science and Engineering A*. - 2010. - V. 527. - P. 6320–6334.
- [43] Yang, J. The Effect of Welding Energy on the Microstructural and Mechanical Properties of Ultrasonic-Welded Copper Joints / J. Yang, B. Cao, Q. Lu // *Materials*. - 2017. - V. 10. - P. 193.
- [44] HAZ development and accelerated post-weld natural ageing in ultrasonic spot welding aluminium 6111-T4 automotive sheet / Y.-C. Chen, D. Bakavos, A. Gholinia, P. B. Prangnell // *Acta Materialia*. - 2012. - V. 60. - № 6-7. - P. 2816-2828.
- [45] Kenik, E.A. Microstructure of Ultrasonic Welded Aluminum By Orientation Imaging Microscopy / E. A. Kenik, R. Jahn // *Microscopy and Microanalysis*. - 2003. - V. 9. - P. 720 - 721.

- [46] Haddadi, F. Grain structure, texture and mechanical property evolution of automotive aluminium sheet during high power ultrasonic welding / F. Haddadi, D. Tsivoulas // *Materials Characterization*. - 2016. - V. 118. - P. 340-351.
- [47] Peng, H. Microstructure and Mechanical Properties of an Ultrasonic Spot Welded Aluminum Alloy: The Effect of Welding Energy / H. Peng, D. L. Chen, X. Jiang // *Materials*. - 2017. - V. 10. - P. 449.
- [48] Characterization of Joint Quality in Ultrasonic Welding of Battery Tabs / Lee S. S., Kim T., Hu S. J. [etc.] // *Journal of Manufacturing Science and Engineering-transactions of The Asme*. - 2013. - V. 135. - P. 021004.
- [49] Jahn, R. The Effect of Anvil Geometry and Welding Energy on Microstructures in Ultrasonic Spot Welds of AA6111-T4 / R. Jahn, R. Cooper, D. Wilkosz // *Metallurgical and Materials Transactions A*. - 2007. - V. 38. - P. 570–583.
- [50] Microstructural characterization and mechanical properties of high power ultrasonic spot welded aluminum alloy AA6111-TiAl6V4 dissimilar joints / C. Q. Zhang, J. D. Robson, O. Ciuca, P. B. Prangnell // *Materials Characterization*. - 2014. - V. 97. - P. 83-91.
- [51] Yang, J. Investigation of resistance heat assisted ultrasonic welding of 6061 aluminum alloys to pure copper / J. Yang, B. Cao // *Materials & Design*. - 2015. - V. 74. - P. 19-24.
- [52] Kong, C. Y. Characterisation of aluminium alloy 6061 for the ultrasonic consolidation process / C. Y. Kong, R. C. Soar, P. M. Dickens // *Materials Science and Engineering A*. - 2003. - V. 363. - P. 99-106.
- [53] Satpathy, M. P. Ultrasonic spot welding of aluminum-copper dissimilar metals: A study on joint strength by experimentation and machine learning techniques / M. P. Satpathy, S. B. Mishra, S. K. Sahoo // *Journal of Manufacturing Processes*. - 2018. - V. 33. - P. 96-110.
- [54] Ni, Z. L. Dissimilar Joining of Aluminum to Copper Using Ultrasonic Welding / Z. L. Ni, F. X. Ye // *Materials and Manufacturing Processes*. - 2016. - V. 31. - № 16. - P. 2091-2100.
- [55] Bloss, M. Ultrasonic metal welding of advanced alloys: the weldability of stainless steel, titanium and nickel-based superalloys / M. Bloss, K. Graff // *Trends in Welding Research, Proceedings of the 8th International Conference, ASM International*. - Metals Park, OH, 2009. - P. 348–353.
- [56] Owa, T. Production and bond strength of similar-titanium ultrasonic welded joints / T. Owa, T. Kondo, H. Takizawa // *Welding International*. - 2010. - V. 24. - P. 182-187.



- [57] Study on Microstructure and Mechanical Properties of Ti6Al4V Titanium Alloy Joint with Ultrasonic Consolidation / Z. Zhu, M. Li, Z. Su [etc.] // Transactions on Intelligent Welding Manufacturing / Eds. S. Chen, Y. Zhang, Z. Feng. - Springer, Singapore, 2018. - P. 120-129.
- [58] Effect of ultrasonic field treatment on degassing of 2024 alloy / Jia Z., Yu B., Lan Q. [etc.] // China Foundry. - 2021. - V. 18. - P. 124-130.
- [59] Гиндин, И.А. О влиянии ультразвуковых колебаний на фазовую перекристаллизацию титана / И. А. Гиндин, Г. Н. Малик // Физика металлов и металловедение. - 1969. - Т. 28. - № 6. - С. 1091-1094.
- [60] Blaha, H. Elongation of zinc crystals under the action of ultrasound (in German) / H. Blaha, B. Langenecker // Naturwissenschaften. - 1955. - V. 42. - № 20. - P. 556.
- [61] Малыгин, Г. А. Акустопластический эффект и механизм суперпозиции напряжений / Г. А. Малыгин // Физика твердого тела. - 2000. - Т. 42. - № 1. - С. 69-75.
- [62] Изменение характеристик сверхпластической деформации алюминий-литиевого сплава под действием ультразвуковых колебаний / Мышляев М. М., Шпейзман В. В., Клубович В. В. [и др.] // Физика твердого тела. – 2015. – Т. 57. – Вып. 10. – С. 1986–1991.
- [63] Мордюк, Н. С. Изменение свойств молибдена и вольфрама при наложении ультразвука в процессе деформации / Н. С. Мордюк, В. С. Мордюк, В. В. Буряк // Металлофизика. - 1978. - № 72. - С. 45-49.
- [64] Кулемин, А. В. Ультразвук и диффузия в металлах / А. В. Кулемин. - М.: Metallurgia, 1978. - 200 С.
- [65] Релаксационные эффекты в деформированном гафнии при ультразвуковом воздействии / А. В. Мац, В. М. Нетёсов, В. И. Соколенко, К. В. Ковтун // Вопросы атомной науки и техники. — 2009. — № 4. — С. 167-169.
- [66] Мац, А. В. Ультразвуковое воздействие на наноструктуру сплава Zr-2, 5% Nb / А. В. Мац, В. М. Нетесов, В. И. Соколенко // Вопросы атомной науки и техники. - 2011. - № 4. - С. 108-110.
- [67] Nazarov, A. A. Nonequilibrium grain boundaries and their relaxation under oscillating stresses in columnar nickel nanocrystals studied by molecular dynamics / A. A. Nazarov, R. T. Murzaev // Computational materials science. - 2018. - V. 151. - P. 204-213.
- [68] Влияние ультразвука на поведение неупорядоченных дислокационных систем в кристалле с неравновесными границами зерен / Бачурин Д. В., Мурзаев Р. Т., Баимова Ю. А. [и др.] // Письма о материалах. - 2016. - Т. 6. - № 3. - С. 183-188.

- [69] Bachurin, D. V. Relaxation of dislocation structures under ultrasonic influence / D. V. Bachurin, R. T. Murzaev, A. A. Nazarov // *International Journal of Solids and Structure*. - 2019. - V. 156-157. - P. 1-13.
- [70] Softening and hardening of ECAP nickel under ultrasonic treatment / Zhilyaev A. P., Samigullina A. A., Medvedeva A. E. [etc.] // *Materials Science and Engineering: A*. - 2017. - V. 698. - P. 136-142.
- [71] Тяпунина, Н. А. Действие ультразвука на кристаллы с дефектами / Н. А. Тяпунина, Е. К. Наими, Г. М. Зиненкова. - М.: МГУ, 1999. - 238 с.
- [72] Гиндин, И. А. Влияние температуры озвучивания и чистоты материала на акустическое упрочнение / И. А. Гиндин, О. И. Волчок, В. К. Аксенов // *Физика металлов и металловедение*. - 1979. - Т. 48. - № 3. - С. 641-646.
- [73] Белостоцкий, В. Ф. О структурных изменениях в никеле, происходящих под действием ультразвука и последующих термических отжигов / В. Ф. Белостоцкий, О. Н. Кашевская, И. Г. Полоцкий // *Металлофизика*. - 1972. - № 42. - С. 97-102.
- [74] Пушкар, А. Влияние высокочастотного циклического нагружения на механические свойства и дислокационную структуру мягкой стали / А. Пушкар // *Физика металлов и металловедение*. - 1973. - Т. 36. - № 4. - С. 844-848.
- [75] Компьютерное моделирование воздействия ультразвука и отжига на структуру двумерного сильно деформированного нанокристаллического материала / Назарова А. А., Дмитриев С. В., Баимова Ю. А. [и др.] // *Физика металлов и металловедение*. - 2011. - Т. 111. - № 5. - С. 1-7.
- [76] Effect of ultrasonic treatment on the structure and properties of ultrafine-grained nickel / Nazarova A. A., Mulyukov R. R., Rubanik V. V. [etc.] // *Physics of Metals and Metallography*. - 2010. - V. 110. - № 6. - P. 574-581.
- [77] Langenecker, B. Ultrasonic treatment of specimens in the electron microscope / B. Langenecker // *Review of Scientific Instruments*. - 1966. - V. 37. - № 1. - P. 103-106.
- [78] Langenecker, B. Neutron-acoustic irradiation of aluminium single crystals / B. Langenecker, C. W. Fountain // *Philosophical Magazine*. - 1965. - P. 513-519.
- [79] Langenecker, B. Dislocation damping in macrosomic fields / B. Langenecker // *Physical Review*. - 1966. - V. 145. - № 2. - P. 487-493.
- [80] Абрамов, О. В. Влияние ультразвуковой обработки на дислокационную структуру алюминия и сплава Al-4%Cu / О. В. Абрамов, А. И. Ковалев, О. М. Смирнов // *Физика и химия обработки материалов*. - 1974. - № 4. - С. 142-144.

- [81] Вильданова, Н. Ф. Влияние ультразвуковых колебаний на механические свойства и тонкую структуру алюминия и сплава алюминий-магний / Н. Ф. Вильданова, Н. И. Носкова, В. А. Павлов // Физика металлов и металловедение. - 1973. - Т. 36. - № 1. - С. 129-134.
- [82] Действие ультразвука на дислокационную структуру монокристаллов молибдена / И. Г. Полоцкий, Г. И. Прокопенко, В. И. Трефилов, С. А. Фирсов // Физика твердого тела. - 1969. - № 3. - С. 755-757.
- [83] Белостоцкий, В. Ф. Дислокационное внутреннее трение в монокристаллах молибдена, облученных ультразвуком / В. Ф. Белостоцкий, И. Г. Полоцкий // Украинский физический журнал. - 1971. - № 11. - С. 1905-1906.
- [84] Balalaev, Yu. F. Effect of ultrasonic high-temperature heating on the structure of technically pure iron / Yu. F. Balalaev // Metal Science and Heat Treatment. - 1964. - № 4. - P. 48-49.
- [85] Мац, А. В. Дислокационная структура и ударная вязкость корпусной стали 15X2НМФА после ультразвукового воздействия / А. В. Мац, В. М. Нетесов, В. И. Соколенко // Проблемы прочности. - 2011. - № 5. - С. 45-49.
- [86] Белостоцкий, В. Ф. Объемные эффекты при нагреве никеля, облученного ультразвуком / В. Ф. Белостоцкий // Физика металлов и металловедение. - 1972. - Т. 33. - № 3. - С. 651-652.
- [87] Дислокационная структура никеля после знакопеременного нагружения с низкой и ультразвуковой частотой / Гиндин И. А., Неклюдов И. М., Старолат М. П. [и др.] // Физика твердого тела, - 1970, - Т.12, - № 8 - С. 2456-2458.
- [88] Анчев, В. Х. Влияние ультразвука на микротвердость и дислокационную структуру меди / В. Х. Анчев, Ю. А. Скаков // Известия вузов. Черная металлургия. - 1974. - № 11. - С.132-139.
- [89] Особенности пластической деформации под действием ультразвука / Н. А. Тяпунина, В. В. Благовещенский, Г. М. Зиненкова, Ю. А. Ивашкин // Известия вузов. Физика. - 1982. - № 6. - С.118-128.
- [90] Беликов, А. М. Величина зерна, возникающего при динамической рекристаллизации в алюминии, подвергнутому ультразвуковому нагружению / А. М. Беликов, В. В. Макаров // Физика металлов и металловедение, - 1982, - Т. 54, - № 3. - С. 592-595.
- [91] Изменение дислокационной структуры меди в результате воздействия статических и ультразвуковых напряжений / В. Г. Бадалян, Н. Н. Воронцов, В. Ф. Казанцев, А. В. Назаров // Физика металлов и металловедение. - 1982. - Т. 54. - № 6. - С. 1191-1193.

- [92] Белостоцкий, В. Ф. Точечные дефекты, образующиеся при низкотемпературной ультразвуковой усталости меди и никеля / В. Ф. Белостоцкий // Физика металлов и металловедение. - 1990. - Т. 69, - № 1. - С. 173-179.
- [93] Biront, V. S. Intercrystalline fracture of aluminum A99 during ultrasonic treatment / V. S. Biront // Strength of Materials. - 1978. - V. 10. - P. 362-364.
- [94] Pogodina-Alekseeva, K. M. Influence of ultrasonic vibrations on the relief of residual stresses during tempering of KhVG steel / K. M. Pogodina-Alekseeva, E. M. Kremlev // Metal Science and Heat Treatment. - 1966. - № 8. - P. 690-691.
- [95] Severdenko, V. P. Second-order residual stresses in armco iron deformed in an ultrasonic field // V. P. Severdenko, V. V. Klubovich, M. V. Kharitonovich // Metallovedenie i termicheskaya obrabotka metallov. -1966. - № 9. - P. 11-14.
- [96] Residual stresses in metal rolled with application of ultrasonic vibrations / V. P. Severdenko, A. V. Stepanenko, I. V. Zayash, P. S. Ovchinnikov // Metal Science and Heat Treatment, -1971. - № 13. - P. 74-75.
- [97] Relaxation of residual stresses in ultrasonic treatment / Biront V. S., Sushchikh V. A., Yuzhakova E. V. [etc.] // Metal Science and Heat Treatment. -1989. - № 6. - P. 57-60.
- [98] 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.
- [99] Влияние ультразвуковой обработки на микроструктуру и микротвердость ультрамелкозернистого никеля, полученного методом кручения под высоким давлением / Мухаметгалина А. А., Самигуллина А. А., Сергеев С. Н. [и др.] // Письма о материалах. - 2017. - Т. 7. - № 2. - С. 85-90.
- [100] Влияние ультразвуковой обработки на структуру и механические свойства ультрамелкозернистого никеля, полученного равноканальным угловым прессованием / Самигуллина А. А., Царенко Ю. В., Рубаник В. В. [и др.] // Письма о материалах. - 2012. - Т. 2. - № 4. - С. 214-217.
- [101] Влияние ультразвуковых колебаний на параметры кривой упрочнения монокристаллов меди / И. А. Гиндин, Г. Н. Малик, И. М. Неклюдов, О. Т. Розумный // Известия ВУЗов. - 1971. - № 2. - С. 51-56.
- [102] Гиндин, И. А. Действие ультразвуковых колебаний на сопротивление пластической деформации кристаллов / И. А. Гиндин, И. М. Неклюдов, Г. Н. Малик, О. Т. Розумный // Физика твердого тела. - 1972. - Т. 14. - № 5. - С. 1308-1313.

- [103] Мордюк, Н. С. Структурные изменения и ползучесть монокристаллов молибдена, получивших предварительную ультразвуковую обработку / Н. С. Мордюк, Л. В. Демченко // *Металлофизика*, - 1978, - № 72. - С. 50-53.
- [104] Белостоцкий, В.Ф. Влияние ультразвукового облучения на концентрацию вакансий и дислокаций в никеле / В. Ф. Белостоцкий, И. Г. Полоцкий // *Физика металлов и металловедение*. – 1973. – Т. 35. – № 3. – С. 660-662.
- [105] Effect of Ultrasonic Treatment on the Microstructure and Properties of Nanostructured Nickel Processed by High Pressure Torsion / Nazarova A. A., Mulyukov R. R., Tsarenko Y. V. [etc.] // *Materials Science Forum*. – 2010. –, V. 667-669. - P. 605-609.
- [106] Tyapunina, N. A. Dislocation behaviour and multiplication under ultrasound / N. A. Tyapunina, V. V. Blagoveshchenskii // *Physica status solidi (a)*. - 1982. - V. 69. - P. 77-83.
- [107] Tyapunina, N. A. Influence of the stress field of a tilt boundary on a Frank-Read source generating dislocations under the action of ultrasound / N. A. Tyapunina, V. V. Blagoveshchenskii, A. L. Lomakin // *Soviet Physics Journal*. - 1985. - V. 28. - P. 118-121.
- [108] Peculiarities of dislocation generation by block boundaries in alkali halide crystals during ultrasonic vibrations // Belozerova E. P., Blagoveshchenskii V. V., Zinenkova G. M. [etc.] // *Soviet Physics Journal*. - 1984. - V. 27. - P. 213-216.
- [109] Поперечное скольжение дислокации в ультразвуковом поле и влияние на этот процесс амплитуды и частоты ультразвука, ориентации образца и коэффициента динамической вязкости / Тяпунина Н. А., Бушуева Г. В., Силис М. И. [и др.] // *Физика твердого тела*. - 2003. - Т. 45. - № 5. - С. 836-841.
- [110] Назаров, А. А. Ультразвуковая стимуляция процесса полигонизации / А. А. Назаров, Ш. Х. Ханнанов // *Физика и химия обработки материалов*. - 1986. - Т. 4. - С. 109.
- [111] Тяпунина, Н. А. Динамические структуры дислокационных диполей при действии ультразвука / Н. А. Тяпунина, А. Л. Ломакин, Х. Христу // *Физика твердого тела*. - 1990. - Т. 32. - № 4. - С. 1097-1101.
- [112] Мурзаев, Р. Т. Взаимодействие дислокационных триполей со стоячей звуковой волной / Р. Т. Мурзаев, Д. В. Бачурин, А. А. Назаров // *Физика металлов и металловедение*. - 2015. - Т. 116. - № 10. - С. 1112-1120.
- [113] Резонансное взаимодействие стенки краевых дислокаций с бегущей звуковой волной / А. А. Назарова, С. В. Дмитриев, А. И. Пшеничнюк, Р. Р. Мулюков // *Физика твердого тела*. - 2010. - Т. 52. - № 12. - С. 2330-2335.

- [114] Resonant interaction of edge dislocations with running acoustic waves / S. V. Dmitriev, A. I. Pshenichnyuk, A. M. Iskandarov, A. A. Nazarova // *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*. - 2010. - V. 18. - 025012.
- [115] Назаров, А. А. Молекулярно-динамическое моделирование релаксации зернограничного дисклинационного диполя под воздействием ультразвуковых напряжений / А. А. Назаров // *Письма о материалах*. - 2016. - Т. 6. - № 3. - С. 179-182.
- [116] Nazarov, A. A. A method for the construction of initial structures for molecular dynamics simulations of nanocrystals with nonequilibrium grain boundaries containing extrinsic dislocations / A. A. Nazarov, R. T. Murzaev // *Letters on Materials*. - 2018. - V. 8. - P. 5-10.
- [117] Мурзаев, Р. Т. Релаксация остаточной дефектной структуры в деформированных поликристаллах под действием ультразвука / Р. Т. Мурзаев, Д. В. Бачурин, А. А. Назаров // *Физика металлов и металловедение*. - 2017. - Т. 118. - № 7. - С. 655-664.
- [118] Bachurin, D. V. Ultrasonic influence on evolution of disordered dislocation structures / D. V. Bachurin, R. T. Murzaev, A. A. Nazarov // *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*. - 2017. - V. 25. - 085010.
- [119] Мурзаев, Р. Т. Моделирование воздействия ультразвука на дислокационную структуру деформированного поликристалла / Р. Т. Мурзаев, Д. В. Бачурин, А. А. Назаров // *Физика металлов и металловедение*. - 2018. - Т. 119. - № 10. - С. 1050-1060.
- [120] Principle of equal-channel angular pressing for the processing of ultra-fine grained materials / Y. Iwahashi, J. Wang, Z. Horita, M. Nemoto, T. G. Langdon // *Scripta Materialia* - 1996. - V. 35. - № 2. - P.143-146.
- [121] Исламгалиев, Р. К. Электронно-микроскопические исследования границ зерен в ультрамелкозернистом германии / Р. К. Исламгалиев, Р. З. Валиев // *Физика твердого тела*. - 1995. - Т. 37. - № 12. - С. 3597-3606.
- [122] Structure and deformation behaviour of Armco iron subjected to severe plastic deformation / R. Z. Valiev, Yu. V. Ivanisenko, E. F. Rauch, B. Baudelet // *Acta Materialia*. - 1996. - V. 44. - № 12. - P. 4705-4712.
- [123] Витязь, П. А. Методы инженерии поверхности и нанотехнологии для повышения ресурса изнашиваемых поверхностей / П. А. Витязь, В. И. Жорник // *Известия национальной академии наук Беларуси. Серия физико-технических наук*. - 2017. - № 3. - С. 30-46.
- [124] Эволюция структуры нанокристаллического Ni при нагреве / Корзников А. В., Корзникова Г. Ф., Мышляев М. М. [и др.] // *Физика металлов и металловедение*. - 1997. - Т. 84. - № 4. - С. 133-139.

- [125] Submicrocrystalline and Nanocrystalline Structure Formation in Materials and Search for Outstanding Superplastic Properties / G. Salishchev, O. R. Valiakhmetov, V. Valitov, S. Mukhtarov // *Materials Science Forum*. - 1994. - V. 170-172 - P. 121-130.
- [126] Willrich, H.O. Application of ultrasonic waves / H. O. Willrich // *Welding Journal*. - 1950. - V. 18. - P. 61–66.
- [127] Graff, K. F. Ultrasonic metal welding / K. F. Graff // *New Developments in Advanced Welding* / Ed. T. Ahmed. - Woodhead, Cambridge, 2005. - Ch. 9. - P. 241-269.
- [128] Zhang, C. Q. Dissimilar ultrasonic spot welding of aerospace aluminum alloy AA2139 to titanium alloy TiAl6V4 / C. Q. Zhang, J. D. Robson, P. B. Prangnell // *Journal of Materials Processing Technology*. - 2016. - V. 231. - P. 382–388.
- [129] Ultrasonic welding of metals / K. F. Graff, J. F. Devine, J. Keltos, N. Y. Zhou // *Welding Handbook* / Ed. A.O. O'Brien. - American Welding Society, Miami, FL, USA, 2007. - Part 2. - 9 ed. - V. 3. - P. 263–303.
- [130] New methods of ultrasonicwelding of metal and plastic materials / Tsujino J., Ueoka T., Hasegawa K. [etc.] // *Ultrasonics*. - 1996. - V. 34. - P. 177–185.
- [131] Wolcott, P. Ultrasonic additive manufacturing / P. Wolcott, M. Dapino // *3D Printing Handbook: Product Development for the Defense Industry* / Ed. A. Badiru. - CRC Press: Boca Raton, FL, USA, 2017. - Ch. 17. - P. 275–313.
- [132] Kong CY, Soar RC, Dickens PM. A model for weld strength in ultrasonically consolidated components / C. Y. Kong, R. C. Soar, P. M. Dickens // *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers , Part C: Journal of Mechanical Engineering*. - 2005. - V. 219. - P. 83-91.
- [133] de Vries, E. Mechanics and mechanisms of ultrasonic metal welding: Ph.D. dissertation / Edgar de Vries; advisor Prof. Karl Graff; The Ohio State University. - Columbus, OH, 2004. - 253 p.
- [134] Wodara, J. Joint formation in the Ultrasonic welding of Metallic Substances / J. Wodara // *ZIS-Mitteilungen*. – 1986. - V. 28. - № 1. - P. 102-108.
- [135] Effect of surface roughness on bonding interface formation of steel and Ni by ultrasonic welding / J. Lin, S. Nambu, K. Pongmorakot, T. Koseki // *Science and technology of welding and joining*. - 2020. - V. 25. - № 2. - P. 157-163.
- [136] Kreye, H. Melting phenomena in solid state welding processes / H. Kreye // *Welding Journal*. - 1977. - V. 56. - № 5. - P. 154-158.
- [137] Weare, N. E. Fundamental studies of ultrasonic welding / N. E. Weare, J. N. Antonevich, R. E. Monroe // *Welding Journal*. - 1960. - V. 39. - P. 331-341.

- [138] Enhanced diffusion and phase transformations during ultrasonic welding of zinc and aluminum / Gunduz I. E., Ando T., Shattuck E. D. [etc.] // *Scripta Materialia*. -2005. - V. 52. - P. 939-943.
- [139] Cheng, X. Investigation of heat generation in ultrasonic metal welding using micro sensor arrays / X. Cheng, X. Li // *Journal of Micromechanics and Microengineering*. - 2007. - V. 17. - P. 273-282.
- [140] Harthoorn, J. Ultrasonic metal welding: Proefschrift ter verkrijging van de graad van doctor / Johannes Leendert Harthoorn; De technische hogeschool Eindhoven. - Eindhoven, 1978. - 145 p.
- [141] New discoveries in ultrasonic consolidation nano-structures using emerging analysis techniques / K. E. Johnson, H. C. Edmonds, R. L. Higginson, R. A. Harris // *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part L: Journal of Materials Design and Applications*. - 2011. - V. 225. - P. 277 - 287.
- [142] Gradient microstructure and interfacial strength of CoCrFeMnNi high-entropy alloy in solid-state ultrasonic welding / Lin J., Lai Z., Otsuki T. [etc.] // *Materials Science and Engineering A*. - 2021. - V. 825. - 141885.
- [143] Pragnell, P. Ultrasonic spot welding of aluminum to steel for automotive applications-microstructure and optimization / P. Pragnell, F. Haddadi, Y. C. Chen // *Materials Science and Technology*, - 2011. - V. 27. - № 3. - P. 617-624.
- [144] Patel, V. K. Influence of ultrasonic spot welding on microstructure in a magnesium alloy / V. K. Patel, S. D. Bhole, D. L. Chen // *Scripta Materialia*. - 2011. - V. 65. - P. 911-914.
- [145] Patel, V. K. Ultrasonic spot welded AZ31 magnesium alloy: Microstructure, texture, and lap shear strength / V. K. Patel, S. D. Bhole, D. L. Chen // *Materials Science & Engineering A*. - 2013. - V. 569. - P. 78–85.
- [146] The effect of high strain rate deformation on intermetallic reaction during ultrasonic welding aluminium to magnesium / A. Panteli, J. D. Robson, I. Brough, P. B. Pragnell // *Materials Science and Engineering A-structural Materials Properties Microstructure and Processing*. - 2012. - 556. - P. 31-42.
- [147] Effect of welding time on microstructure and mechanical properties of Al-Ti ultrasonic spot welds / Zhou L., Min J., He W.X. [etc.] // *Journal of Manufacturing Processes*. - 2018. - V. 33. - P. 64-73.
- [148] Balle, F. Ultrasonic spot and torsion welding of aluminium to titanium alloy: Process, properties and interfacial microstructure / F. Balle, J. Magin // *Physics Procedia*. - 2015. - V. 70. - P. 846-849.



- [149] Microstructure and mechanical properties of ultrasonic spot welded Al/Ti alloy joints / Wang S. Q., Patel V. K., Bhole S. D. [etc.] // *Materials and Design*. - 2015. - V. 78. - P. 33-41.
- [150] Park, D. S. Ultrasonic Welding of Ni Thin Sheet / D. S. Park, J. H. Kim, J. S. Seo // *International Journal of Mining, Metallurgy & Mechanical Engineering*. - 2013. - V. 1. - № 2. - P. 168-172.
- [151] Al Sarraf, Z. S. Effect of Vibration Amplitude and Welding Force on Weld Strength of Ultrasonic Metal Welding / Z. S. Al Sarraf // *Journal of Applied Mechanical Engineering*. - 2015. - V. 4. - № 5. - 1000183.
- [152] Effect of welding energy on microstructure and strength of ultrasonic spot welded dissimilar joints of aluminum to steel sheets / Mirza F. A., Macwan A., Bhole S. D. [etc.] // *Materials Science & Engineering A*. - 2016. - V. 668. - P. 73–85.
- [153] Ultrasonic spot welding of magnesium-to-aluminum alloys with a copper interlayer: Microstructural evolution and tensile properties / Peng H., Chen D. L., Bai X. F. [etc.] // *Journal of Manufacturing Processes*. - 2019. - V. 37. - P. 91–100.
- [154] Macwan, A. Microstructure and mechanical properties of ultrasonic spot welded copper-to-magnesium alloy joints / A. Macwan, D. L. Chen // *Materials and Design*. - 2015. - V. 84. - P. 261–269.
- [155] Fundamental studies on the mechanism of ultrasonic welding / W. J. Lewis, J. N. Antonevich, R. E. Monroe, P. J. Rieppel // *WADD Technical Report 60-607*. - 1960.
- [156] Физическая акустика. Под ред. У. Мэзона. Т. 1. Методы и приборы ультразвуковых исследований. Ч. Б. - М.: Мир, 1967.
- [157] Mukhametgalina, A. A. A double-gaussian waveguide for ultrasonic treatment of metals / A. A. Mukhametgalina, A. A. Nazarov // *Letters on Materials*. - 2019. - V. 9. - № 4. - P. 414-418 .
- [158] Humphreys, F. J. Review Grain and subgrain characterisation by electron backscatter diffraction / F. J. Humphreys // *Journal of Materials Science*. - 2001. - V. 36. - P. 3833–3854.
- [159] Rietveld, H. M. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures / H. M. Rietveld // *Journal of Applied Crystallography*. - 1969. - V. 2. - P. 65-71.
- [160] The asset of ultra-fast digitizers for positron-lifetime spectroscopy / F. Bečvář, J. Čížek, I. Procházka, J. Janotová // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A*. - 2005. - V. 539. - № 1-2. - P. 372-385.
- [161] Čížek, J. PLRF Code for Decomposition of Positron Lifetime Spectra / J. Čížek // *ACTA PHYSICA POLONICA A*. - 2020. - V. 137. - № 2. - P. 177-187.

- [162] Салтыков, С. А. Стереометрическая металлография / С. А. Салтыков. - 3-е изд. - М.: Металлургия, 1970. - 375 с.
- [163] Williamson, G. K. III. Dislocation densities in some annealed and cold-worked metals from measurements on the X-ray debye-scherrer spectrum / G. K. Williamson, R. E. Smallman // Philosophical Magazine. - 1956. - V. 1. - P. 34-46.
- [164] Mechanical behavior and microstructure properties of titanium powder consolidated by high-pressure torsion / Zhilyaev A. P., Ringot G., Huang Y. [etc.] // Materials Science and Engineering A. - 2017. - V. 688. - P. 498-504.
- [165] Plimpton, S. J. Fast parallel algorithms for short-range molecular dynamics / S. J. Plimpton // Journal of Computational Physics. - 1993. - V. 117. - P. 1-19.
- [166] Ackland, G. J. Theoretical-study of titanium surfaces and defects with a new many-body potential / G. J. Ackland // Philosophical Magazine A. - 1992. - V. 66. - № 6. - P. 917-932.
- [167] Nazarov, A. A. Molecular Dynamics Study of Nonequilibrium [112] Tilt Grain Boundaries in Ni and their Relaxation under Cyclic Deformation / A. A. Nazarov, R. T. Murzaev // Journal of Metastable and Nanocrystalline Materials. - 2018. - V. 30. - P. 1 - 10.
- [168] Stukowski, A. Visualization and analysis of atomistic simulation data with OVITO—the Open Visualization Tool / A. Stukowski // Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering. - 2009. - V. 18. - 015012.
- [169] Базелюк, Г.Я. Действие предварительного ультразвукового облучения на высокотемпературную ползучесть и микротвердость меди / Г.Я. Базелюк, Г.Я. Козырский, И.Г. Полоцкий, Г.А. Петрунин // Физика металлов и металловедение. - 1970. - Т. 29. - № 3. - С. 508-511.
- [170] Мухаметгалина, А.А. Влияние ультразвуковой обработки на структуру и механические свойства ультрамелкозернистых материалов [Электронный ресурс]: научный доклад об основных результатах научно-квалификационной работы. Направление подготовки 03.06.01 "Физика и астрономия". Направленность "Физика конденсированного состояния" / А. А. Мухаметгалина; БашГУ, Физико-технический ин-т, Каф. физики и технологии наноматериалов ; науч. рук. А. А. Назаров. — Уфа, 2018 — 33 с.
- [171] Effect of ultrasonic treatment on the characteristics of superplasticity of titanium alloy Ti-6Al-4V / Samigullina A.A., Murzinova M.A., Mukhametgalina A.A. [etc.] // Defect and Diffusion Forum. - 2018. - V. 385. - P. 53-58.

- [172] 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. - 012047.
- [173] 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. - 012047.
- [174] Ultrasonic treatment of Ti-5Al-0.5V alloy subjected to equal-channel angular pressing / Mukhametgalina A.A., Murzinova M.A., Nazarov A.A. [etc.] // Metals and Materials International. - 2022. - V. 28. - P. 1257-1263.
- [175] Bulk Ultrasonic Treatment of Crystalline Materials / A.A. Nazarov, M.A. Murzinova, A.A. Mukhametgalina, E.R. Shayakhmetova // Metals. – 2023. – V. 13. - № 2. – 344.
- [176] Ultrasonic treatment of ultrafine-grained titanium / Murzaev R.T., Bachurin D.V., Mukhametgalina A.A. [etc.] // Physics Letters A. - 2020. - V. 384. - № 35. - 126906.
- [177] Мухаметгалина, А.А. Сверхпластичность ультрамелкозернистого сплава ВТ6 / А.А. Мухаметгалина, А.А. Самигуллина, М.А. Мурзинова, А.А. Назаров // 60 Международная научная конференции «Актуальные проблемы прочности», 14-18 мая Витебск, Беларусь: материалы конференции / Витебск: УО «ВГТУ», 2018. – С. 153-155.
- [178] Штремель, М. А. Прочность сплавов. Часть 1. Дефекты решетки / М. А. Штремель. - Москва: МИСИС, 1999. - 384 с.
- [179] Теория дислокаций : [Пер. с англ.] / Д. П. Хирт, И. Лоте ; Под ред. д-ра физ.-мат. наук Э. М. Надгорного и д-ра физ.-мат. наук Ю. А. Осипьяна. - Москва : Атомиздат, 1972. - 599 с.
- [180] Vacancy clusters in ultra fine grained metals prepared by severe plastic deformation / Čížek J., Melikhova O., Barnovska Z. [etc.] // Journal of Physics: Conference Series. - 2013. - V. 443. - 012008.
- [181] West, R. N. Positron studies of condensed matter / R. N. West // Advances in Physics. - 1973. - V. 22. - № 3. - P. 263-383.
- [182] Čížek, J. PLRF Code for Decomposition of Positron Lifetime Spectra / J. Čížek // ACTA PHYSICA POLONICA A. - 2020. - V. 137. - № 2. - P. 177-187.
- [183] Nazarov, A. A. Molecular dynamics simulation of the effect of ultrasonic vibrations on the structure of nonequilibrium [112] tilt grain boundaries in nickel / A. A. Nazarov // Reviews on advanced materials science. - 2016. - V. 47(1–2). - P. 42–48.

- [184] 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.
- [185] 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. - 012037.
- [186] Honeycutt, J.D. Molecular-Dynamics Study of Melting and Freezing of Small Lennard-Jones Clusters / J.D. Honeycutt, H.C. Andersen // *The Journal of Physical Chemistry*. - 1987. - V. 91. - P. 4950–4963.
- [187] Ultrasonic welding of metals: instruments, process parameters, and prospects of welding of ultrafine grained materials / A.A. Mukhametgalina, M.A. Murzinova, A.A. Nazarov [etc.] // *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. - 2020. – V. 1008. - 012004.
- [188] 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. - 012007.
- [189] 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.
- [190] 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.
- [191] Conrad, H. Effect of interstitial solutes on the strength and ductility of titanium / H. Conrad // *Progress in Materials Science*. - 1981. - V. 26. - № 2–4. - P. 123–403.
- [192] Gey, N. Characterization of the variant selection occurring during the  $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$  phase transformations of a cold rolled titanium sheet / N. Gey, M. Humbert // *Acta Materialia*. - 2002. - V. 50. - P. 277-287.
- [193] Burgers, W. G. On the process of transition of the cubic-body-centered modification into the hexagonal-close-packed modification of zirconium / W. G. Burgers // *Physica D: Nonlinear Phenomena*. - 1934. - V. 1. - P. 561-586.
- [194] Mironov, S. Yu. Evolution of dislocation boundaries during cold deformation of microcrystalline titanium / S. Yu. Mironov, M. M. Myshlyaev // *Physics of the Solid State*. - 2007. - V. 49. - P. 858-864.

- [195] Wang, S. Effect of self-accommodation on  $\alpha/\alpha$  boundary populations in pure titanium / S. Wang, M. Aindow, M. J. Starink // *Acta Materialia*. - 2003. - V. 51. - P. 2485-2503.
- [196] Characterisation studies of linear friction welded titanium joints / X. Wang, W. Li, T. Ma, A. Vairis // *Materials & Design*. - 2017. - V. 116. - P. 115-126.
- [197] Adiabatic shear localization in pure titanium deformed by dynamic loading: Microstructure and microtexture characteristic / Jiang Y., Chen Z., Zhan C. [etc.] // *Materials Science and Engineering A*. - 2015. - V. 640. - P. 436-442.
- [198] Elangovan, S. Temperature and stress distribution in ultrasonic metal welding—An FEA-based study / S. Elangovan, S. Semeer, K. Prakasan // *Journal of Materials Processing Technology*. - 2009. - V. 209. - P. 1143-1150.
- [199] Zwicker, U. Titan und titanlegierungen / U. Zwicker. - Berlin: Springer-Verlag, 1974. - 337 p.
- [200] Weiss, I. Thermomechanical processing of alpha titanium alloys - an overview / I. Weiss, S. L. Semiatin // *Materials Science and Engineering: A*. - 1999. - V. 263. - №2. - P. 243-256.
- [201] Macwan, A. Ultrasonic Spot Welding of a Rare-Earth Containing ZEK100 Magnesium Alloy: Effect of Welding Energy / A. Macwan, D. L. Chen // *Metallurgical and Materials Transactions A*. - 2016. - V. 47. - P. 1686-1697.
- [202] Ni, Z. Weldability and mechanical properties of ultrasonic welded aluminum to nickel joints / Z. Ni, F. Ye // *Materials Letters*. - 2016. - V. 185. - P. 204-207.
- [203] Effect of Interfacial Reaction on the Mechanical Performance of Steel to Aluminum Dissimilar Ultrasonic Spot Welds / Xu L., Wang L., Chen Y. [etc.] // *Metallurgical and Materials Transactions A*. - 2015. - V. 47. - P. 334-346.
- [204] Humphreys, F. J. Recrystallization and Related Annealing Phenomena / F. J. Humphreys, M. Hatherly. - 2nd ed. - Amsterdam: Elsevier Ltd., 2004. - 628 p.
- [205] Oh, M. S. Continuous cooling  $\beta$ -to- $\alpha$  transformation behaviors of extra-pure and commercially pure Ti / M. S. Oh, J. Lee, J. K. Park // *Metallurgical and Materials Transactions A*. - 2004. - V. 35. - P. 3071-3077.