

Results

Plagiarism 1.52%

Search settings

- Only latin characters ✖
- Exclude references ✖
- Exclude in-text citations ✖
- Search on the web ✔
- Search in my storage ✖

Sources (67)

1	imp.kiev.ua https://www.imp.kiev.ua/fmie/files/fmie-2023.pdf	0.57%
2	cambridge.org https://www.cambridge.org/core/journals/journal-of-materials-research/article/microstructural-and-crystallographic-response-of-shockloaded-pure-copper/2146CFFECABD0DA6282D500DD3A1C82B	0.36%
3	dir.ukrintei.ua https://dir.ukrintei.ua/view/okd/1c2d52f1978ea070d026f57d310c5b7a	0.19%
4	sciencedirect.com https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1044580325005121/pdf?md5=5f35869751c61fb362c57128f264d0a4&pid=1-s2.0-S1044580325005121-main.pdf	0.11%
5	researchgate.net https://www.researchgate.net/profile/Bohdan-Mordyuk	0.1%
6	researchgate.net https://www.researchgate.net/publication/228506116_Microstructures_and_mechanical_properties_of_a_Cu-Zn_alloy_subjected_to_cryogenic_dynamic_plastic_deformation	0.1%
7	iap.sumy.org http://iap.sumy.org/article/index/archive/?year=2021	0.1%
8	kmint.pnu.edu.ua https://kmint.pnu.edu.ua/аспіранти-кафедри/	0.1%
9	uacademic.info https://www.uacademic.info/en/document/0824U003151	0.09%
10	kau.org.ua https://kau.org.ua/en/education/587-admissions	0.09%

11	dokumen.pub https://dokumen.pub/mathematical-techniques-an-introduction-for-the-engineering-physical-and-mathematical-sciences-4nbsped-9780199282012.html	0.07%
12	researchgate.net https://www.researchgate.net/publication/378709137_LOW-TEMPERATURE_RELAXATION_IN_KAPTON	0.06%
13	sciencedirect.com https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S1044580325005121	0.06%
14	ela.kpi.ua https://ela.kpi.ua/bitstreams/4a3ac174-36b4-47cd-8f9d-458cc74550f3/download	0.06%
15	sciencedirect.com https://www.sciencedirect.com/journal/materials-today-communications/vol/38/suppl/C?page=7	0.06%
16	zakon.rada.gov.ua https://zakon.rada.gov.ua/go/v-650729-18	0.06%
17	naqa.gov.ua https://naqa.gov.ua/wp-content/uploads/2025/03/8-25-АД.pdf	0.06%
18	ips.ligazakon.net https://ips.ligazakon.net/document/RE30023	0.06%
19	lute.lviv.ua https://www.lute.lviv.ua/fileadmin/www.lac.lviv.ua/data/pidrozdzily/Aspirantura/Docs/metod/2_Metodichni_rekomenda_ciji_z_napisannja_ta_oformlennja_disertaciinikh_robiz_zdobuvachiv_naukovo_stupenja_doktora_nauk.pdf	0.06%
20	kneu.edu.ua https://kneu.edu.ua/userfiles/vimogi_diser/novi_vimoi.pdf	0.06%
21	false-science.ucoz.ua https://false-science.ucoz.ua/news/plagiat_v_kandidatskij_disertaciji_b_i_prijmaka/2019-06-16-70	0.06%
22	duet.edu.ua https://www.duet.edu.ua/uploads/DocS/docs-myao/Положення_про_академ_добросчесність_Нова_Редакція.pdf	0.06%
23	aspdoc.mphu.edu.ua https://aspdoc.mphu.edu.ua/upload/files/doslid_nauk_kerivnyk/tren_sem_r_struktura_obsjag_dyser.pdf	0.06%
24	essuir.sumdu.edu.ua https://essuir.sumdu.edu.ua/bitstream/123456789/96418/1/lvashchenko_bak_rob.pdf	0.06%
25	dspace.nuft.edu.ua https://dspace.nuft.edu.ua/bitstreams/38664144-5322-4251-b401-aebbd936c3a3/download	0.06%
26	dspace.nuft.edu.ua https://dspace.nuft.edu.ua/bitstreams/ed5cd89e-09d5-41eb-bb61-b075ef44f0e0/download	0.06%
27	essuir.sumdu.edu.ua https://essuir.sumdu.edu.ua/bitstream/123456789/94027/1/Sychov_mag_rob.pdf	0.06%
28	ir.polissiauniver.edu.ua http://ir.polissiauniver.edu.ua/bitstream/123456789/15989/3/Sydorenko_KV_KR_T_2024.pdf	0.06%
29	ilt.kharkov.ua https://www.ilt.kharkov.ua/cmltp2024/doc/Book_of_Abstracts_2024.pdf	0.05%

30	knu.ua https://knu.ua/pdfs/official/accreditation/105/2022-2023/30758-nanophysics-and-computer-technologies.pdf	0.05%
31	material-science.eu http://www.material-science.eu/sbornik/2021.pdf	0.05%
32	ela.kpi.ua https://ela.kpi.ua/bitstream/123456789/31059/1/Murashko_mahistr.pdf	0.05%
33	materials.kiev.ua http://www.materials.kiev.ua/science2.0/events/news.jsp?id=256	0.04%
34	nddkr.ukrintei.ua https://nddkr.ukrintei.ua/view/ok/d5196bdc2a3d0385f8af134d9508af95	0.04%
35	chnu.edu.ua https://www.chnu.edu.ua/media/ewpffloi/metodychni-rekomendatsi-do-napysannia-kvalifikatsiinoi-roboty.pdf	0.04%
36	sciencedirect.com https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S2352492824003052	0.04%
37	aspdoc.zsmu.edu.ua https://aspdoc.zsmu.edu.ua/upload/files/doslid/plantema/strukt_obsjag_dysert.pdf	0.04%
38	lute.lviv.ua https://www.lute.lviv.ua/fileadmin/www.lac.lviv.ua/data/pidrozdzily/Aspirantura/Docs/Metodichni_rekomendaciji_z_na_pisannja_ta_oformlennja_disertaciinikh_robit_z_titul_2.pdf	0.04%
39	old.nas.gov.ua http://www.old.nas.gov.ua/UA/Org/Messages/Pages/rubrics.aspx?OrgID=0000279&RubricID=16	0.04%
40	metphys.knu.ua https://metphys.knu.ua/publikatsiyi/	0.04%
41	imp.kiev.ua https://www.imp.kiev.ua/download/mpmms-2021/Програма конференції ІМФ-2021.pdf	0.04%
42	old.nas.gov.ua https://old.nas.gov.ua/EN/Messages/Annonces/Pages/View.aspx?MessageID=7744	0.04%
43	ir.lib.vntu.edu.ua https://ir.lib.vntu.edu.ua/bitstream/handle/123456789/43141/21458-75793-1-PB.pdf?sequence=1&isAllowed=y	0.04%
44	dp.knute.edu.ua http://dp.knute.edu.ua/jspui/bitstream/123456789/5539/1/Ставнійчук_4-7.pdf	0.04%
45	asnk.kpi.ua https://asnk.kpi.ua/docs/anotations/bachelor/NakonechnyiM_ua.pdf	0.04%
46	ena.lpnu.ua https://ena.lpnu.ua/bitstreams/df097446-9a92-4776-84bf-66c2f8236640/download	0.04%
47	rada.kpi.ua https://rada.kpi.ua/files/Дисертація_к.т.н._Заграничний_А.В..pdf	0.04%
48	ive.org.ua https://www.ive.org.ua/wp-content/uploads/dys_Klyus.pdf	0.04%

49	ela.kpi.ua https://ela.kpi.ua/bitstreams/79b7f836-c13c-47b8-82da-ab1cac8635b9/download	0.04%
50	ztu.edu.ua https://ztu.edu.ua/site/graduation-works-get-file?id=10558612	0.04%
51	ztu.edu.ua https://ztu.edu.ua/site/graduation-works-get-file?id=11281646	0.04%
52	dspace.dsau.dp.ua https://dspace.dsau.dp.ua/bitstream/123456789/5732/1/Черниш О.А..pdf	0.04%
53	psychology-naes-ua.institute http://psychology-naes-ua.institute/files/pdf/disertaciya_absalyamova_1576661218.pdf	0.04%
54	ztu.edu.ua https://ztu.edu.ua/site/graduation-works-get-file?id=10557886	0.04%
55	lnu.edu.ua https://lnu.edu.ua/wp-content/uploads/2021/08/v_rud.pdf	0.04%
56	ilt.kharkiv.ua https://ilt.kharkiv.ua/bvi/structure/theses/thes_Hurova.pdf	0.03%
57	ela.kpi.ua https://ela.kpi.ua/bitstream/123456789/34688/1/Yanchuk_magistr.pdf	0.03%
58	scholar.google.com https://scholar.google.com/scholar?q=ambient and cryogenic temperatures air-UIT and cryo-UIT respectively&hl=en&as_sdt=0&as_vis=1&oi=scholar	0.03%
59	iep.org.ua http://iep.org.ua/content/bibliotek/zvit2020.pdf	0.03%
60	imp.kiev.ua https://www.imp.kiev.ua/download/vacancy/Михайловський ВА.pdf	0.03%
61	ela.kpi.ua https://ela.kpi.ua/bitstream/123456789/55324/1/Buravlov_bakalavr.pdf	0.03%
62	ela.kpi.ua https://ela.kpi.ua/bitstream/123456789/34860/1/Pedan_bakalavr.pdf	0.03%
63	onu.edu.ua https://onu.edu.ua/pub/bank/userfiles/files/rgf/theory_practice_translate/MetodichniVidania/program_81_stud_konf_2025.pdf	0.03%
64	magazine.faaf.org.ua https://magazine.faaf.org.ua/rozshirene-vidtvorennya-ta-osoblivosti-yogo-finansovogo-zabezpechennya.html	0.03%
65	link.springer.com https://link.springer.com/article/10.1007/s11661-024-07319-6	0.02%
66	imp.kiev.ua https://www.imp.kiev.ua/download/educations/Річний звіт про діяльність закладу освіти_2022.pdf	0.02%
67	ela.kpi.ua https://ela.kpi.ua/bitstreams/2e291371-562c-4975-9ce5-8490203c55df/download	0.02%

1,3

Інститут металофізики ім. Г. В. Курдюмова

Національна академія наук України

Кваліфікаційна наукова праця на правах рукопису

Галкіної Анастасії Андріївни

ДИСЕРТАЦІЙНА РОБОТА:

37,38

ПРУЖНІСТЬ АНІЗОТРОПНИХ І НЕОДНОРІДНИХ МЕТАЛЕВИХ

ПОЛІКРИСТАЛІВ З КУБІЧНОЮ ҐРАТКОЮ, ВИЗНАЧЕНА МЕТОДОМ

УЛЬТРАЗВУКОВОГО ТЕКСТУРНОГО АНАЛІЗУ

105 – Прикладна фізика та наноматеріали

Природничі науки

Подається на здобуття наукового ступеня доктора філософії

16, 17, 18, 19, 20, 21, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 28, 35

Дисертація містить результати власних досліджень. Використання ідей,

результатів і текстів інших авторів мають посилання на відповідне джерело.

63

А. А. Галкіна

Науковий керівник: канд. фіз.-мат. наук Запорожець О. І.

Київ – 2025

2

Анотація

Галкіна А.А. – Пружність анізотропних та неоднорідних металевих

полікристалів з кубічною ґраткою, визначена методом ультразвукового

текстурного аналізу – Кваліфікаційна наукова праця на правах рукопису.

3,30,33,55

Дисертація на здобуття наукового ступеня доктора філософії зі спеціальності 105

– прикладна фізика та наноматеріали, Інститут металофізики ім. Г. В. Курдюмова

НАН України, Київ, 2025.

Дисертаційна робота присвячена дослідженню текстури, пружних та

деяких механічних властивостей анізотропних і неоднорідних металевих

полікристалів за допомогою методу ультразвукового текстурного аналізу

(УЗТА), зокрема, після високоенергетичних спрямованих видів термомеханічної

обробки, таких як ультразвукова ударна обробка (УЗУО). Відомо, що наявність

текстури у матеріалі найчастіше спричиняє анізотропію пружних параметрів, які є фундаментальними характеристиками будь-якого твердого тіла та безпосередньо чи опосередковано пов'язані з іншими фізико-механічними властивостями. Тому комплексна оцінка текстури та пружного стану матеріалів є критично важливою для забезпечення надійності роботи конструкцій, прогнозування їхньої поведінки в умовах експлуатаційних навантажень та запобігання аварійним ситуаціям. Однак таких комплексних досліджень наразі є обмежена кількість, що обумовлено, ймовірно, технологічною складністю та тривалістю їх проведення.

Традиційні методи визначення текстури, такі як рентгенівський дифракційний та нейтронографічний аналіз, характеризуються високою точністю, однак є руйнівними, вимагають ретельної підготовки зразків, часто застосовні лише у лабораторних умовах, а також в деяких випадках надають інформацію лише з приповерхневих шарів матеріалу. Те саме стосується й стандартних методів визначення пружних характеристик (механічні

випробування, наноіндентування).

Натомість метод УЗТА є неруйнівним, експресним, дає можливість

досліджувати об'єм матеріалу, різні ділянки зразків складної форми в різних

геометричних напрямках, в тому числі недоступних для проведення УЗ

З

вимірювань. До того ж, метод УЗТА дозволяє отримати комплексну інформацію

про текстурний та пружний стан матеріалу без залучення додаткових методів

дослідження за допустимих для технічних задач похибок. З огляду на це, метод

УЗТА є перспективним для проведення комплексних досліджень текстурних та

пов'язаних із ними пружних властивостей анізотропних просторово

неоднорідних матеріалів, що підтверджується отриманими в роботі

результатами.

В даній роботі досліджено: 1) зразки модельного сплаву латуні Cu-37Zn у

формі прямокутного паралелепіпеда ("масивні" зразки) та пластини з того ж

сплаву, піддані одноразовій ударній обробці (УО) з наступною УЗУО при

кімнатній та криогенній температурах (air-UIT та cryo-UIT відповідно); 2)

масивні зразки та пластини високоентропійних сплавів медичного призначення

51Ti31Zr18Nb, 51Ti31Zr10Nb8Ta, 51Zr31Ti18Nb та 51Zr31Ti10Nb8Ta в литому

стані та після УЗУО; 3) дріт малого діаметру ($d \sim 1$ мм) із суперсплаву Inconel 718,

підданого комплексним впливам наводнювання та УЗУО;

При цьому встановлено наступне.

- УО масивних зразків Cu-37Zn призводить до кристалографічного переходу

мідь-латунь, суттєвого загострення інтенсивності дифракційних ліній [111] в

напрямку деформації вже при $\varepsilon = 11,02\%$. При $\varepsilon = 18,8\%$ вказані ефекти

посилюються. Крім того, УО збільшує модуль E в напрямку деформації та

поперечному, що узгоджується з текстурними змінами, оскільки

кристалографічний напрямок [111] відповідає максимуму модуля E .

Результат є типовим для швидкісної спрямованої деформації стиску.

- Після наступної УЗУО при кімнатній температурі (далі – кімн-УЗУО) у

використаному режимі виявлено зворотній текстурний перехід латунь-мідь,

пов'язаний із впливом знакозмінної складової УЗУО, що зриває з точок

закріплення текстурні елементи, сформовані після УО. УЗУО при кріогенній

температурі (далі – кріо-УЗУО) масивних зразків в аналогічному режимі не

змінює типу текстури, а впливає лише на значення та анізотропію пружних

параметрів. Це пов'язано з пригніченням руху дефектів, їх накопиченням,

4

ускладненням дислокаційного ковзання та домінування двійникування як

основного механізму деформації, що і сприяє збереженню у зразках текстури

типу латуні.

- Кімн-УЗУО ізотропних пластин сплаву Cu-37Zn призводить до формування

текстури типу латуні вже після 20с обробки, в той час як після кріо-УЗУО

навіть при 60с обробки зберігається типова текстура міді. Спостережуване

двійникування та зсувні смуги у зразку після кріо-УЗУО сприяють

формуванню текстури латунного типу, тоді як релаксація напружень,

незвичайна дислокаційна активність, стимульована ультразвуковими

коливаннями, та утворення дислокаційних комірок у зразку після кімн-УЗУО

призводять до формування текстури мідного типу.

- отримано дані довідкового характеру про пружні параметри, їх просторову

неоднорідність та анізотропію, твердість за Віккерсом та характеристику

пластичності за концепцією Ю.В.Мільмана зразків із сплавів 51Ti31Zr18Nb,

59

51Ti31Zr10Nb8Ta, 51Zr31Ti18Nb та 51Zr31Ti10Nb8Ta в литому стані та після

УЗУО. Визначено вплив концентрації Zr, Nb і Ta у сплавах та УЗУО на зміни

вказаних параметрів, їх анізотропію та неоднорідність. Визначено, що Ta-

вмісні сплави мають суттєво вищу неоднорідність згаданих характеристик,

при цьому вплив домішок Ta на значення та анізотропію пружних модулів

залежить від вихідного вмісту Zr та Ti. УЗУО дозволяє зменшити абсолютні

значення, анізотропію та неоднорідність більшості досліджених

властивостей, зокрема, модуля Юнга Е сплавів, що є особливо важливим з

огляду на сферу їх застосування. В процесі проведених досліджень було

використано необхідне програмне забезпечення для усереднення швидкостей

УЗ та пружних та механічних характеристик просторово неоднорідних та

анізотропних матеріалів, що дало змогу відпрацювати методологію

отримання кількісної інформації про їх ізотропні значення для негомогенних

полікристалів на основі Ti та Zr.

- Вперше використано метод УЗТА для експериментальних досліджень

пружних, текстурних та головних механічних властивостей дроту малого

5

діаметру ($d \sim 1$ мм) із суперсплаву Inconel 718, підданого комплексним

впливам наводнювання та УЗУО. При цьому завдяки аксіальній текстурі

дроту виявилось достатнім вимірювати v_{ij} лише в радіальному напрямку із

вектором поляризації в осьовому та тангенціальному напрямках. Поряд із

методом УЗТА в експериментах застосовано механічні випробування зразків

на розтяг та метод дифракції зворотно розсіяних електронів (EBSD). За

даними УЗТА встановлено, що під дією наводнювання поверхні дроту і у

першу чергу УЗУО спостерігається відхилення полюсів (111) на полюсній

фігурі від осьового напрямку у бік радіального. При цьому модуль Юнга E

зменшується з одночасним збільшенням модулю зсуву G , що призводить до

зростання твердості HV (максимально в межах 5-6%) та зміцнення зразка в

осевому напрямку, що якісно корелює із результатами механічних

випробувань. Зменшення характеристики пластичності δH при цьому не

перевищує 0.8-0.9%. Для зразків, попередньо загартованих, відпалених та

підданих УЗУО, зафіксовано додаткове збільшення HV після наводнювання.

За результатами EBSD отримано дані про комбінований вплив поверхневої

УЗУО та наводнювання на зеренну структуру та кристалографічну текстуру

досліджуваних зразків, що якісно узгоджуються із даними УЗТА і

підтверджують, що головним чинником впливу УЗУО та наводнювання на

пружні, текстурні та механічні властивості дроту із сплаву IN718 є еволюція

текстури, що у свою чергу призводить до відповідних змін пружних модулів

E та G та механічних характеристик і у підсумку до зміцнення дроту в

осьовому напрямку.

Отримані результати підтверджують ефективність застосованого методу

пошарового УЗТА для досліджень пружних, текстурних та головних механічних

властивостей анізотропних полікристалів, а також показують можливості більш

широкого використання спрямованих видів деформації типу УЗУО металів для

керування їх службовими характеристиками.

6

Ключові слова: кристалографічна текстура, пружні властивості, метод

ультразвукового текстурного аналізу, анізотропні та неоднорідні матеріали,

пружна анізотропія, Inconel 718, неруйнівний контроль, механічні властивості,

ультразвукова ударна обробка, Ti-Zr сплави медичного призначення,

мікроструктура, високоенергетична деформація

7

Abstract

Anastasiia Halkina - Elasticity of Anisotropic and Inhomogeneous Metallic

Polycrystals with Cubic Lattices Determined by the Ultrasonic Texture Analysis

Method - Qualification research manuscript submitted for the degree of Doctor of

1,3,9,10,29,31

Philosophy in the specialty 105 – Applied Physics and Nanomaterials,

G. V. Kurdyumov Institute for Metal Physics of the National Academy of Sciences of

Ukraine, Kyiv, 2025

This dissertation is devoted to the investigation of crystallographic texture,

elastic, and some mechanical properties of anisotropic and spatially inhomogeneous

metallic polycrystals using the ultrasonic texture analysis (USTA) method, particularly

after high-energy directional thermomechanical treatments such as ultrasonic impact

treatment (UIT). It is well established that the presence of texture in a material often

results in the anisotropy of elastic parameters, which are fundamental characteristics

of any solid and are directly or indirectly linked to other physical and mechanical

properties. Therefore, comprehensive evaluation of the material's texture and elastic

state is critical for ensuring structural reliability, predicting performance under service

loading conditions, and preventing failure. However, such comprehensive studies

remain limited, likely due to their technological complexity and time-consuming

nature.

Conventional methods for texture determination, such as X-ray and neutron

diffraction, provide high accuracy but are destructive, require meticulous sample

preparation, and are applicable only in laboratory settings. Moreover, they often yield

information limited to the surface layers. Similar limitations apply to standard methods

for assessing elastic properties (mechanical testing, nanoindentation).

In contrast, the USTA method is non-destructive, rapid, and capable of probing

the bulk material, including various regions of complex-shaped samples in multiple

geometric directions, including those inaccessible for conventional ultrasonic (US)

measurements. Furthermore, USTA allows for the acquisition of comprehensive

information about both the textural and elastic states of materials without the need for

8

additional investigative methods and within acceptable error ranges for engineering

applications. As such, USTA is a promising technique for integrated studies of textural and associated elastic properties of anisotropic, spatially inhomogeneous materials, as demonstrated by the findings of this work.

The present study investigates: 1) model Cu-37Zn brass alloy samples in the form of rectangular parallelepipeds ("bulk" specimens) and thin plates of the same alloy subjected to high-energy shock compression (HESC) followed by UIT under ambient and cryogenic temperatures (air-UIT and cryo-UIT, respectively); 2) massive specimens and plates of 51Ti31Zr18Nb, 51Ti31Zr10Nb8Ta, 51Zr31Ti18Nb, and 51Zr31Ti10Nb8Ta alloys in the initial state and after UIT; 3) fine-diameter (~1 mm) Inconel 718 alloy wire subjected to combined hydrogenation and UIT.

The following key findings were established:

- HESC of bulk Cu-37Zn specimens induces a copper-to-brass crystallographic transition and a significant intensification of the [111] diffraction lines in the deformation direction already at $\epsilon = 11.02\%$. At $\epsilon = 18.8\%$, these effects become more pronounced. Moreover, HESC increases Young's modulus E in both the

36,58

deformation and transverse directions, correlating with the texture evolution, as

the [111] direction corresponds to the maximum of E. This behavior is typical

of high-strain-rate uniaxial compression.

- After subsequent air-UIT under the applied regime, a reverse texture transition

from brass-type to copper-type was observed. This transition is attributed to the

influence of the alternating component of UIT, which detaches the texture

elements formed after HESC from their anchoring points. In contrast, UIT at the

cryogenic temperatures (cryo-UIT) of bulk specimens under similar conditions

does not alter the texture type but affects only the values and anisotropy of the

elastic parameters. This behavior is associated with the suppression of defect

mobility, their accumulation, the impediment of dislocation glide, and the

predominance of twinning as the primary deformation mechanism, which

collectively promote the retention of brass-type texture in the samples.

9

- Air-UIT of isotropic Cu-37Zn alloy plates results in the formation of a brass-

type texture after only 20 seconds of treatment, whereas cryogenic UIT

preserves the characteristic copper-type texture even after 60 seconds of

exposure. The observed twinning and shear bands in the cryo-UIT-treated

sample contribute to the development of a brass-type texture, while stress

relaxation, atypical dislocation activity induced by ultrasonic vibrations, and the

formation of dislocation cells in the room-temperature UIT-treated sample

promote the formation of a copper-type texture. The results obtained for both

bulk and plate Cu-37Zn samples are in good agreement.

- yielded reference data on elastic properties, their spatial heterogeneity and

anisotropy, Vickers hardness, and plasticity as characterized by Yu.V. Milman's

approach of 51Ti31Zr18Nb, 51Ti31Zr10Nb8Ta, 51Zr31Ti18Nb, and

51Zr31Ti10Nb8Ta alloys, both in the initial state and after UIT. The effects of

Zr, Nb, and Ta concentrations and UIT on these parameters, including their

anisotropy and inhomogeneity, were determined. Ta-containing alloys exhibited

significantly higher inhomogeneity in these characteristics. The influence of Ta

on elastic modulus values and their anisotropy depends on the initial Zr and Ti contents. UIT was shown to reduce the magnitudes, anisotropy, and spatial variability of most mechanical properties, especially Young's modulus E , which is of particular relevance to their practical applications. The study employed specialized software for averaging ultrasonic velocities and mechanical properties in spatially inhomogeneous and anisotropic materials, allowing for the development of a methodology to extract isotropic values for non-uniform Ti- and Zr-based polycrystals.

- For the first time, the USTA method was applied to study the elastic, textural, and principal mechanical properties of fine-diameter (~ 1 mm) Inconel 718 alloy wire subjected to combined hydrogenation and UIT. Due to the axial texture of the wire, it was sufficient to measure v_{ij} only in the radial direction, with polarization vectors in the axial and tangential directions. Alongside USTA, tensile tests and EBSD analyses were conducted. USTA data revealed that

hydrogenation, and especially UIT, resulted in deviation of the (111) poles on the pole figure from the axial to the radial direction. This was accompanied by a decrease in Young's modulus E and an increase in shear modulus G , leading to a hardness increase (up to 5–6%) and axial strengthening, in qualitative agreement with mechanical test results. The plasticity index δH decreased by no more than 0.8–0.9%. In pre-treated and UIT-processed samples, hydrogenation led to a further increase in hardness. EBSD results confirmed a combined effect of surface UIT and hydrogenation on grain structure and crystallographic texture, consistent with USTA data and indicating that texture evolution is the primary mechanism governing changes in elastic and mechanical properties of Inconel 718 wire, ultimately contributing to its axial strengthening.

The results demonstrate the efficacy of the USTA method for layer-by-layer analysis of elastic, textural, and principal mechanical properties in anisotropic polycrystals and underscore the potential for broader use of directional deformation

treatments such as UIT in tailoring the service performance of metallic materials.

Key words: Crystallographic texture, elastic properties, the ultrasonic texture

analysis method, anisotropic and heterogeneous materials, elastic anisotropy, Inconel

718, non-destructive testing, mechanical properties, ultrasonic impact treatment, Ti-Zr

medical alloys, microstructure, high-energy deformation

1,2

11

СПИСОК ПУБЛІКАЦІЙ АНАСТАСІЇ ГАЛКІНОЇ

1. O.I. Zaporozhets, B.N. Mordyuk, V.A. Mykhailovskyi, A.A. Halkina,

M.O. Dordienko, A.P.Burmak, E. Langi, L.G. Zhao, Tailoring elastic,

mechanical and texture properties of Cu-37Zn brass by ultrasonic impact

2,14,15

treatment applied at ambient and cryogenic temperatures, Materials

Today Communications 38 (2024) 108325, Zaporozhets),

<https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2024.108325>

2,4,5,6,13

2. O.I. Zaporozhets, B.N. Mordyuk, V.A. Mykhailovskyi, A.A. Halkina,

V.F. Mazanko, S.P. Vorona, Ultrasonic nondestructive evaluation of

texture and elastic properties of Cu-37Zn brass subjected to shock

compression and ultrasonic impact treatment, Materials Characterization

226 (2025) 115223. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2025.115223>

Результати дисертаційного дослідження були представлені на наступних

конференціях

¹
1. Запорожець О.І., Мордюк Б.Н., Михайловський В.А., Галкіна А.А.,

Дордієнко М.О. Еволюція текстури та зміни пружних параметрів

сплаву Cu-37%Zn після ультразвукової та імпульсної швидкісної

ударних обробок, Матеріали конференції «Сучасні проблеми фізики

1,7,8,34

металів і металічних систем» (25-27 травня 2021 р.). – Київ, Україна,¹

2021. – С. 33.

2. Запорожець О.І., Мордюк Б.Н., Михайловський В.А., Галкіна А.А.,

Дордієнко М.О. Пружні властивості сплавів 51Ti31Zr18Nb,

51Ti31Zr10Nb8Ta, 51Zr31Ti18Nb та 51Zr31Ti10Nb8Ta у похідному

стані та після ультразвукової ударної обробки, Матеріали конференції

1,7,8,39,40,41,42

2021 р.). – Київ, Україна, 2021. – С. 34.

3. O.I. Zaporozhets, B.M. Mordyuk, V.A. Mykhailovskyi, A.A. Halkina,

M.O. Dordienko, A.P. Burmak, E. Langi, L.G. Zhao. The influence of

<https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2024.108325>

<https://doi.org/10.1016/j.matchar.2025.115223>

12

temperature regimes of ultrasonic impact treatment on elastic, texture and

mechanical properties of Cu–37Zn brass alloy plates, Functional Materials

for Innovative Energy (FMIE-2023). Тези доповідей конференції (20-21

вересня 2023 р.). – Київ, 2023. – С. 75.

13

Зміст

ВСТУП 15

РОЗДІЛ 1. ЛІТЕРАТУРНИЙ ОГЛЯД 23

1.1 Основні закономірності процесу текстуроутворення у сплавах системи

Cu-Zn 23

1.2 Пружні властивості титанових сплавів медичного призначення

51Ti31Zr10Nb8Ta, 51Ti31Zr18Nb, 51Zr31Ti10Nb8Ta, 51Zr31Ti18Nb 28

1.3 Текстурні, пружні та механічні властивості дротів зі сплаву Inconel 718,

підданих комплексним впливам наводнювання та ультразвукової ударної

обробки 33

Висновки до розділу 1 38

РОЗДІЛ 2. МЕТОДИКА ТА ОБ'ЄКТИ 40

2.1 Основи ультразвукового текстурного аналізу 40

2.2 Ультразвукові вимірювання та ультразвукова ударна обробка 45

2.3 Рентгенівський текстурний аналіз 49

2.4 Метод дифракції зворотно розсіяних електронів 52

2.4 Випробування на розтяг 54

2.5 Трансмісійна електронна мікроскопія 56

2.6 Електрохімічне наводнювання	57
---------------------------------------	----

2.7 Характеристика використаних матеріалів	58
--	----

РОЗДІЛ 3. РЕЗУЛЬТАТИ ТА ОБГОВОРЕННЯ	60
---	----

3.1 Еволюція текстури, зміни пружних та пов'язаних із ними механічних	
---	--

властивостей масивних зразків та тонких пластин сплаву Cu-37Zn підня	
--	--

однократної ударної обробки та ультразвукової ударної обробки.....	60
--	----

3.2 Вплив хімічного складу та ультразвукової ударної обробки на пружні та	
---	--

головні механічні властивості сплавів медичного призначення	
---	--

51Ti31Zr10Nb8Ta, 31Ti51Zr10Nb8Ta, 51Ti31Zr18Nb, 31Ti51Zr18Nb	85
--	----

14

3.3 Вплив ультразвукової ударної обробки на пружні та механічні	
---	--

властивості, а також стійкість до водневого окрихчення тонких дротів сплаву	
---	--

Inconel 718	94
-------------------	----

Висновки до підрозділу 3.3:	99
-----------------------------------	----

ОСНОВНІ РЕЗУЛЬТАТИ ТА ВИСНОВКИ	100
--------------------------------------	-----

СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ	102
----------------------------------	-----

СПИСОК СКОРОЧЕНЬ	118
------------------------	-----

15

ВСТУП

Актуальність теми. В останні десятиліття спостерігається зростаючий

інтерес до методів інтенсивної пластичної деформації (ІПД), які дають змогу

формувати ультрадрібнозернистий та наноструктурований стан у масивних

заготівках металів та сплавів, надаючи матеріалам унікальні фізико-механічні

властивості [1, 2]. Більшість методів ІПД призводять до формування структурної

неоднорідності, зокрема, текстури, що може зумовлювати анізотропію пружних

властивостей матеріалу, що є фундаментальними характеристиками твердих тіл,

та пов'язані безпосередньо або опосередковано з іншими фізико-механічними

характеристиками матеріалів.

Аналіз текстурного та пружного стану матеріалів, а також оцінка його

неоднорідності й анізотропії є необхідними для забезпечення стабільності

роботи конструкцій та запобігання аварійним ситуаціям.

Розуміння взаємозв'язку між текстурою та пружними властивостями дозволяє

прогнозувати поведінку матеріалів у різних геометричних напрямках, що

продемонстровано в роботах за участю автора [3, 4].

Отримання такої комплексної інформації за допомогою традиційних

методів можливе лише шляхом окремого аналізу пружних і текстурних

характеристик. Найпоширенішими підходами до визначення пружних

параметрів (ПП) є механічні випробування та наноіндентування. Однак ці

методи є руйнівними, потребують значних затрат часу та зусиль, а у випадку

наноіндентування — надають дані лише з приповерхневих шарів. Крім того,

оцінка анізотропії та неоднорідності ПП вимагає багаторазового застосування

цих методів на зразках з різними орієнтаціями, що ще більше ускладнює процес

і збільшує тривалість дослідження.

Оцінка текстурного стану можлива за допомогою класичних методів

визначення текстури, таких як рентгенівська або нейтронна дифракція.

Однак ці методи також є руйнівними, трудомісткими, довготривалими та

дороговартісними, а також найчастіше не дають можливості аналізувати об'єм

матеріалу. Більше того, пошарове дослідження потребує підготовки великої

16

кількості зразків. Залежність пружних параметрів від текстури можна отримати

лише шляхом комбінування цих методів з уже згаданими методами дослідження

ПП.

У цьому контексті метод ультразвукового текстурного аналізу (УЗТА) є

перспективним інструментом для отримання комплексної інформації про

текстуру та пружні властивості матеріалів, а також їхню неоднорідність та

анізотропію. Точність УЗТА є цілком достатньою для більшості технічних

завдань з огляду на всі його переваги. УЗТА характеризується високою

швидкістю, відносною простотою та можливістю неруйнівного дослідження

об'єму матеріалу з мінімальними похибками, що робить його зручним для

практичного застосування. Цей метод також дозволяє аналізувати вироби різних

геометричних форм (наприклад, тонкі пластини чи конструкції складної форми з обмеженим доступом), що робить його важливим інструментом для наукових і технічних досліджень.

Мета і задачі дослідження. Метою дисертаційної роботи є комплексна характеристика текстури, пружних властивостей, їхньої просторової неоднорідності та анізотропії для наведених нижче матеріалів після застосування різноманітних технологічних чинників за допомогою ультразвукових вимірювань та методу УЗТА.

До об'єктів дослідження належать наступні матеріали:

1. Модельний сплав Cu-37Zn у вигляді прямокутних паралелепіпедів розмірами (4–6)х(5–8)х(7–10) мм³ у вихідному (текстурованому) стані, після двох послідовних однократних ударів (ударна обробка – УО) до 11.02% та 18.8% деформації, а також після наступної ультразвукової ударної обробки (УЗУО) при кімнатній та кріогенній температурах.

2. Модельний сплав Cu-37Zn у вигляді тонких пластин розмірами

7×7×0.38 мм³ у вихідному (ізотропному) стані та після УЗУО при

кімнатній та кріогенній температурах

17

3. Сплави медичного призначення 51Ti31Zr18Nb, 51Ti31Zr10Nb8Ta,

31Ti51Zr18Nb, 31Ti51Zr10Nb8Ta у вигляді масивних зразків та тонких

пластин у вихідному стані та УЗУО.

4. Дроти малого діаметру ($d < 1\text{ мм}$) суперсплаву Inconel 718, піддані

комплексним впливам електрохімічного наводнювання та ультразвукової

ударної обробки

Для досягнення цієї мети було послідовно розв'язано такі завдання:

1. Прецизійні вимірювання густини матеріалу (ρ) та об'ємних

ультразвукових швидкостей (v_{ij}) були виконані у вихідному стані та після

застосованих обробок. УЗ швидкості додатково вимірювалися на різних

ділянках зразків з метою оцінки локальних варіацій.

2. На основі отриманих значень ν_{ij} і ρ , розраховано ефективні пружні

коефіцієнти C_{ij}

, а також значення, неоднорідність та анізотропію модуля

Юнга (E), модуля зсуву (G), об'ємного модуля (B), коефіцієнта Пуассона

(η) та співвідношення П'ю (B/G) в ортогональних напрямках на різних

ділянках зразків.

3. Для масивних зразків сплавів Cu-37Zn та Inconel 718 на основі значень ν_{ij} ,

ρ , C_{ij}

, було обчислено коефіцієнти розподілу орієнтацій кристалітів W_{ijk} і

побудовано полюсні фігури (ПФ) для основних кристалографічних

напрямків. У випадках, коли побудова ПФ за результатами УЗ вимірювань

була неможливою, застосовувалися додаткові методи характеристики

текстури, такі як рентгенівський дифракційний аналіз та/або EBSD.

4. Сформульовано висновки щодо впливу досліджуваних технологічних

режимів на текстурні, пружні та деякі механічні характеристики

досліджуваних матеріалів.

Методи дослідження. Для дослідження текстури та пружних

властивостей було використано різні методи залежно від типу матеріалу та

форми зразків. Метод УЗТА застосовувався для об'ємних зразків сплаву Cu-

37Zn та дротів суперсплаву Inconel 718. Текстура пластин зі сплаву Cu-37Zn

визначалась також за допомогою рентгенівського дифракційного аналізу та

18

методу EBSD. Структурний стан цього сплаву було додатково проаналізовано із

використанням трансмісійної електронної мікроскопії (TEM) та дифракції

електронів у вибраній області (SAED).

Для дротів Inconel 718, крім УЗТА, проводились одновісні випробування

на розтяг з метою оцінки механічних властивостей. Дослідження текстури

поперечного перерізу дроту Inconel 718 здійснювалось за допомогою EBSD.

За допомогою УЗ вимірювань були визначені абсолютні значення,

анізотропія та неоднорідність пружних модулів та деяких механічних

властивостей сплавів 51Ti31Zr10Nb8Ta, 51Ti31Zr18Nb, 51Zr31Ti10Nb8Ta та

51Zr31Ti18Nb.

Предмети дослідження:

1. Оцінка можливості впливу на текстурний та пружний стан зразків Cu-

37Zn за допомогою різних методів та режимів високошвидкісних

спрямованих обробок.

2. Вплив хімічного складу та УЗУО на пружні та головні механічні

властивості сплавів медичного призначення 51Ti31Zr10Nb8Ta,

31Ti51Zr10Nb8Ta, 51Ti31Zr18Nb, 31Ti51Zr18Nb.

3. Оцінка можливості підвищення стійкості до водневого окрихчення

тонких дротів Inconel 718 за допомогою УЗУО в радіальному напрямку.

Надійність результатів, отриманих у цій роботі, забезпечується

використанням високочутливих експериментальних методик, а також

застосуванням комплексу незалежних експериментальних та теоретичних

методів, результати яких знаходяться в взаємній узгодженості. ⁵⁷ Експерименти

проводилися за допомогою сучасного обладнання у відділі фізичних основ

інженерії поверхні Інституту металофізики імені Г.В. Курдюмова Національної

академії наук України, в Центрі SPM&RS НАН України, що знаходиться при

тому ж інституті, а також у EBSD лабораторії Інституту механіки та інженерії у

Франція.

19

Наукова новизна:

1. Вперше зафіксовано аномальний зворотний текстурний перехід від типу

латуні до типу міді внаслідок УЗУО масивних зразків сплаву Cu-37Zn

при кімнатній температурі. Цей ефект пов'язаний із впливом

знакозмінної компоненти УЗУО, яка полегшує рух зафіксованих

сегментів дислокацій, зриваючи їх з точок фіксації. Дослідження

показує можливість отримання необхідного текстурного та пружного

стану матеріалу шляхом правильного поєднання методів

високошвидкісної динамічної обробки.

2. Показано перспективність застосування УЗУО для зниження анізотропії

та неоднорідності пружних і механічних властивостей медичних

сплавів на основі Ti-Zr.

3. Вперше показано ефективність методу УЗТА для дослідження пружних,

текстурних та головних механічних властивостей аксіально-

текстурованих дротяних зразків сплавів типу Inconel 718.

4. Показано, що текстурний фактор відіграє ключову роль у зміні пружних

властивостей тонкого дроту сплаву Inconel 718, підданого

наводнюванню та/або УЗУО.

5. Показано перспективність застосування УЗУО як засобу підвищення

стійкості матеріалів до водневого окрихчення (ВО) поверхоні дроту

Inconel 718.

Наукова та практична цінність. Встановлено, що використання УЗУО

ініціювати зворотний текстурний перехід латунь–мідь у сплаві Cu–37Zn у

масивному стані. Це відкриває нові можливості для формування заданого

текстурного й пружного стану матеріалу, що є перспективним для керування

механічними властивостями в інженерних застосуваннях.

Надані узагальнені довідкові характеристики пружних і механічних

властивостей медичних β -сплавів Ti-Zr-Nb-Ta різного складу, що можуть бути

використані для порівняння з теоретичними розрахунками. Показано, що

застосування УЗУО дозволяє знижувати ступінь пружної анізотропії та

20

неоднорідності в сплавах даного класу, що є важливим для підвищення

функціональної надійності імплантатів. Зростання модулів E, G та твердості

HV у Ta-вмісних сплавах після УЗУО може свідчити про зміну фазової

стабільності, що доцільно враховувати при розробці технологій

термомеханічної обробки.

Показано ефективність методу УЗТА як інструменту для швидкої та

інформативної оцінки текстурного та пружного стану складних інженерних

матеріалів, зокрема в напрямках, недоступних для прямих УЗ вимірювань.

Показано необхідність врахування текстурного фактору як одного з ключових

параметрів, що впливають на пружні характеристики тонкого дроту зі сплаву

Inconel 718 після комплексних впливів наводнювання УЗУО. Це відкриває

можливості цілеспрямованого формування текстури матеріалу з метою

досягнення заданих пружних та механічних властивостей, зокрема, з метою

підвищення стійкості до деградації в умовах водневовмісних середовищ.

Особистий вклад автора. Постановку задач, обговорення та

інтерпретацію отриманих результатів здійснено у співпраці з науковим

керівником – кандидатом фізико-математичних наук, старшим науковим

співробітником Запорожцем О.І. Автор самостійно проведено аналіз

наукової літератури, взято участь у експериментальних ультразвукових

дослідженнях, обробці отриманих даних, підготовці публікацій та

конференційних доповідях. Під час міжнародного наукового стажування у

Франції за стипендіальною програмою «Надія» здобувачка брала

безпосередню участь в EBSD-аналізі дротів зі сплаву Inconel 718.

У роботах, опублікованих у співавторстві, автором здійснено: [3] –

визначено типи текстури пластин зі сплаву Cu-37Zn у вихідному та

деформованому стані на основі аналізу полюсних фігур, отриманих методом

рентгенівського дифракційного аналізу; прийнято участь у розрахунку

пружних та механічних характеристик на основі ультразвукових даних;

підготовлено ілюстративний матеріал стосовно змін вищеназваних параметрів

та англomовну версію публікації; [18] – розрахунку текстурних та пружних

21

характеристик сплаву на основі УЗ вимірювань, формулюванні висновків

щодо впливу структурних та, зокрема, текстурних, чинників на виявлені зміни,

написанні оригінального тексту публікації та її перекладі на англійську мову,

Апробація результатів. Результати дисертаційної роботи викладено у 5

наукових публікаціях, серед яких 2 статті в міжнародних рецензованих

журналах, що індексуються у базі даних Scopus, а також 3 тези доповідей,

опублікованих у матеріалах наукових конференцій.

Основні положення, що виносяться на захист

1. Порівняння полюсних фігур (111), отриманих після кожного етапу

деформації, з типовими для мідного та латунного типів текстури показало,

що зразок латуні Cu-37Zn після ударної обробки до $\varepsilon = 18,8\%$ має латунний

тип текстури, а подальша УЗУО при кімнатній температурі призводить до

зворотного переходу латунь \rightarrow мідь.

2. УЗУО зменшує пружну анізотропію сплаву 51Zr31Ti18Nb з 15% до 1,1%

та знижує середній модуль Юнга з 87,36 ГПа до 85,31 ГПа. У випадку

сплаву 51Ti31Zr18Nb максимальна анізотропія після УЗУО залишається

незмінною (5,2%), тоді як середній модуль Юнга зменшується на 2,63 ГПа.

Для сплаву 51Ti31Zr10Nb8Ta максимальна анізотропія модуля Юнга

залишається високою після УЗУО ($-8,95\%$ проти $10,44\%$ до УЗУО), хоча

відбувається перерозподіл між напрямками максимальних і мінімальних

значень, що підтверджується зміною знака анізотропії. У сплаві

51Zr31Ti10Nb8Ta УЗУО призводить до незначного зростання

максимальної анізотропії модуля Юнга (з 0,36% до УЗУО до 2,71% після УЗУО), водночас середній модуль зменшується на 5,22 ГПа.

3. За результатами УЗТА виявлено, що після УЗУО спостерігається зменшення гостроти текстури (111) в осьовому напрямку дротяних зразків сплаву Inconel 718, а після подальшого наводнювання — ще більше зниження. Враховуючи те, що Inconel 718 належить до матеріалів із позитивним фактором анізотропії, тобто напрямки $\langle 111 \rangle$ відповідають

22

максимальному значенню модуля Юнга (і мінімальному значенню модуля зсуву, відповідно), зменшення інтенсивності полюсів [111] корелює зі зниженням значення E у цьому напрямку. Це підтверджується EBSD-аналізом, результати якого свідчать про зменшення частки кристалітів [111] в осьовому напрямку дроту після УЗУО + наводнювання.

Структура та обсяг дисертації. Дисертація складається зі вступу, трьох розділів, висновків, списку використаних джерел та списку скорочень. Загальний

обсяг дисертації становить 120 сторінок.

Зв'язок дослідження з науковими проектами:

Виконавець проекту, Проект №1230 1А "Високоміцні стани як результат

специфічної міжатомної взаємодії у високоентропійних твердих розчинах з

мартенситним перетворенням", всеукраїнський, Інститут металофізики ім. Г. В.

Курдюмова НАН України, 2020-2021, Президія НАН України,

<https://www.nas.gov.ua/UA/Messages/Pages/View.aspx?MessageID=5468>

23

РОЗДІЛ 1. ЛІТЕРАТУРНИЙ ОГЛЯД

1.1 Основні закономірності процесу текстуроутворення у сплавах системи

Cu-Zn

Відомо, що в металах і сплавах із гранецентрованою кубічною решіткою

(ГЦК) існують два типи текстури — так званий «тип міді» та «тип літуні»

(комбінація орієнтацій $\text{Cu}\{112\}\langle 111\rangle$, $\text{S3}\{123\}\langle 634\rangle$, $\text{Bs}\{110\}\langle 112\rangle$) та

(Bs{110}<112>, G{110}<001>, відповідно) [5, 6], що були вперше кількісно

описані в роботі [7] (рис. 1). У [7] були проаналізовані текстури алюмінію, міді

та латуні 70/30. Подібні типи текстури спостерігалися також у низці інших ГЦК-

металів та сплавів за різних умов обробки [2–9]; весь спектр досліджень текстур

у ГЦК-матеріалах було узагальнено в оглядовій роботі [10].

a) b)

Рис 1. Полюсні фігури (111) для прокатої міді (a) та латуні 70/30 (b) [7]

Формування того чи іншого типу текстури у металах залежить від енергії

дефектів укладання (ЕДП) матеріалу. Це вперше було підтверджено у роботі [8],

де автори досліджували процес формування текстури у чистому сріблі за різних

температур прокатки з метою варіювання ЕДП. Було встановлено, що при

низькій температурі деформації (0°C) текстура прокатки повністю відповідає

(110)[112] («латунний» тип), що є типовим для текстур прокатки звичайного

срібла, тоді як при високій температурі деформації (200°C) текстура переважно

представлена (123)[412] («мідний» тип). Важливо відзначити, що латунний тип

текстури спостерігався при більш низьких температурах. Ця закономірність була

виявлена в кількох дослідженнях [7, 8] і зрештою привела до висновку, що

матеріали з високим і середнім значенням ЕДП, як правило, схильні до

формування текстури мідного типу, тоді як матеріали з низьким ЕДП —

латунного типу [9]. У [9] було проаналізовано ряд систем сплавів з відомими

значеннями ЕДП, а саме чисті метали: алюміній, срібло, золото, мідь, а також

сплави Cu-Zn, Cs-Al, Cu-Ge, Ag-Al та Ag-Au. Відтоді ЕДП розглядається як

фундаментальний фактор, що визначає зміну текстури під час прокатки ГЦК

матеріалів. Це було підтверджено у сучасних дослідженнях [10 та наведені там

посилання]. У [10] для вивчення еволюції текстури та мікроструктури під час

прокатки були обрані три матеріали: чистий алюміній, Al-4 мас.% Mg та α -

латунь. Це дозволило проаналізувати загальні тенденції розвитку

мікроструктури та кристалографічної текстури як функції ЕДП у низці

матеріалів із ГЦК-ґраткою з різними значеннями ЕДП. Авторами [10] була

зафіксована чітка зміна типу текстури прокатки від мідного до латунного зі

зменшенням ЕДП від чистого Al до α -латуні.

Більше того, у межах одного й того самого матеріалу можуть формуватися

різні типи текстури залежно від ступеня деформації. Відомо, що формування

текстури на ранніх стадіях деформації розпочинається з мідного типу, а перехід

до латунного відбувається на певному більш пізньому ступені деформації [5]. У

дослідженні [5] розглядалися матеріали з середньою і низькою ЕДП: технічно

чиста мідь, Cu-10%Zn та Cu-30%Zn. Було встановлено, що текстури мідно-

цинкових сплавів спочатку розвиваються аналогічно міді, проте перехід мідь-

латунь відбувається при досягненні приблизно 40% деформації, що свідчить про

активацію додаткового механізму деформації. Ознаки цього переходу

узгоджуються з тими, що очікуються при механічному двійникуванні.

Аналогічні спостереження були зроблені в [11] для чистої міді та латуні 70/30,

які демонстрували подібні текстури до деформації $\epsilon = 1,6$, незважаючи на велику

різницю у значеннях ЕДП. Варто зазначити, що в матеріалах з високою ЕДП

(чистий алюміній у згаданому дослідженні [10]) латунний тип текстури може

навіть не сформуватися, а в матеріалі із середньою ЕДП (Al-4 мас.% Mg) мідний

тип текстури зберігається до 98% деформації. Водночас у α -латуні, що

характеризується низькою ЕДП, тип текстури латуні формується вже на ранніх

стадіях деформації.

Для матеріалів з ГЦК-ґраткою було виявлено сильну температурну

залежність процесу формування текстури. У [12] проведено порівняння текстур

після прокатки чистої міді при кімнатній та криогенній температурі. Після

криогенної деформації текстура є близькою до латунного тип, тоді як після

деформації при кімнатній температурі — до мідного.

Зниження температури деформації посилює механізм двійникування, що

робить більш ймовірним формування текстури типу латуні. Цим також

пояснюється формування текстури мідного типу на початкових стадіях

деформації та а перехід до латунного типу на більш пізніх стадіях, коли ковзання

вже неможливе. Залучення механізму механічного двійникування як причина

переходу текстури від мідного до латунного типу було запропоноване

Вассерманом [13] та згодом підтверджене авторами [14]. Ними було показано,

що якщо механічне двійникування та утворення дефектів пакування в орієнтації

$\{112\}(111)$ компоненту текстури прокатки ускладнюються чи нівелюються

(наприклад, шляхом перехресної прокатки), то отримана деформаційна текстура

фактично однакова для металів як з високим, так і з низьким ЕДП.

Оскільки механічне двійникування, як правило, відбувається не лише при

низьких температурах, але й при високій швидкості деформації, її розглядають

як третій можливий шлях досягнення переходу мідь—латунь [15, 16]. У [15]

швидкісну прокатку застосовували до латуні з 5% Zn зі швидкістю прокатних

валків 25 м/хв і зменшенням товщини зразка приблизно на 50% за один прохід,

що відповідало зменшенню товщини на 94% за 4 проходи. Під час повільної

прокатки швидкість валків становила близько 3,5 см/хв, а зменшення за прохід

— близько 10%, так що 94% зменшення товщини досягалося після 30 проходів.

Було підтверджено, що збільшення швидкості та зниження температури

26

деформації мають аналогічний вплив формування текстури.

У кількох роботах [5, 17] було досліджено залежність процесу

текстурування у сплаві Cu-10%Zn від розміру зерна. Авторами показано, що

перехід мідь–латунь відбувається раніше в матеріалах з дрібнозернистою

структурою. Крім того, у [17] показано, що процес формування текстури

відбувається поетапно, із чіткою послідовністю залучення деформаційних

компонентів до процесу (рис. 2).

Рис 2. Відносна активність діючих систем ковзання та двійникування у сплаві Cu-

10%Zn [17]

У дослідженнях за участю автора [3, 18] були застосовані як

низькотемпературні, так і високошвидкісні умови деформування. У роботі [3]

ізотропні тонкі пластини зі сплаву Cu-37Zn з низькою ЕДП піддавали УЗУО за

кімнатної (кімн-УЗУО) та кріогенної (кріо-УЗУО) температури. Як і очікувалося, спостережуване утворення двійників та зсувних смуг у зразках після кріо-УЗУО призводило до формування латунного типу текстури, тоді як релаксація напружень, аномальна дислокаційна активність, стимульована ультразвуковими коливаннями, та утворення дислокаційних комірок у зразках після кімн-УЗУО зумовлювали формування мідного типу текстури.

Слід зазначити, що вплив УЗУО є неоднорідним за висотою зразка [18, 19]

і характеризується наявністю знакозмінної та накопичувальної складових

27

деформації [20]. Знакозмінна складова впливає на весь об'єм матеріалу [19], тоді

як статична зосереджена у приповерхневому шарі. Відповідно, їхній внесок у

загальну деформацію істотно залежить від товщини зразка, зміна якої зумовлює

відповідну зміну максимальних напружень, створених статичною та

знакозмінною складовими. З цього випливає припущення, що вплив однакових

режимів УЗУО на масивні зразки та тонкі пластини з одного і того ж матеріалу

може бути якісно відмінним. З метою оцінки впливу зміни співвідношення між

знакозмінною та статичною складовими УЗУО у подальшій роботі [18] було

збільшено товщину зразків. У [18] досліджували тотожний сплав (Cu-37%Zn, як

і в [3]), але у вигляді масивних прямокутних паралелепіпедів після одноразового

ударного навантаження та наступної кімн- та кріо-УЗУО (застосованих не

послідовно, а окремо на різних групах зразків). На відміну від попередньої

роботи [3], зразки у вихідному стані мали текстуру мідного типу, а після

одноразового удару відбувався перехід мідь-латунь. Далі, після кімн-УЗУО

спостерігався зворотний перехід латунь-мідь, тоді як після кріо-УЗУО зразки

зберігали латунний тип текстури. Запропоноване авторами пояснення

ґрунтується на впливі знакозмінної складової деформації під час УЗУО. Як

зазначено вище [5, 17], деформаційні складові послідовно залучаються у процес

формування текстури у ГЦК-матеріалах. Знакозмінна складова УЗУО зриває з

точок закріплення дислокаційні сегменти, сформовані під час однократного

удару. У результаті процес формування текстури повертається на попередню

стадію, а саме — до текстури мідного типу. Наскільки відомо авторам, такий

зворотний перехід було вперше отримано після динамічного деформування.

Подібне текстурне перетворення спостерігали лише у [21] після 70%-го

зменшення товщини при холодному прокатуванні високочистої міді з

загартуванням у крижаній воді після кожних 10%.

Варто зазначити, що текстура матеріалу суттєво впливає на його пружні та

механічні властивості [3, 4, 18, 19], тому контроль та керування текстурним

станом є вкрай важливими. Робота [18] показала ефективний і досить простий

спосіб досягнення бажаного текстурного стану у досліджуваному сплаві, а також

28

зміни вже сформованої текстури, що може бути дуже корисним у прикладних

цілях.

При цьому досліджень, присвячених формуванню текстури в ГЦК-металах

під дією динамічного знакозмінного навантаження, досі є обмежена кількість,

хоча цей підхід відкриває великі можливості для керування процесом

текстуроутворення та отримання необхідного стану матеріалу. Використовуючи

такий тип обробки, можна працювати не лише з ізотропними у вихідному стані

матеріалами, але й з попередньо деформованими.

З огляду на вищевикладене, важливим є розвиток таких методів обробки, а

також методів контролю текстури та пружного стану. Метод УЗТА, застосований

у зазначених роботах [3, 4, 18, 19], добре зарекомендував себе як зручний спосіб

комплексного дослідження текстури, пружних та пов'язаних з ними механічних

властивостей без використання додаткових технік.

Цей метод дозволяє аналізувати весь комплекс зазначених властивостей

неруйнівним та експресним чином на різних ділянках зразка та у різних

геометричних напрямках, а також отримувати інформацію з усього об'єму

матеріалу на ділянці прозвучування. У сучасній науковій літературі практично

відсутні настільки комплексні дані щодо текстурних та пружних характеристик,

хоча всі технологічні обробки напряму впливають на них.

Отже, значний інтерес становлять два напрями: розвиток методів обробки,

здатних створювати у матеріалі необхідну текстуру/структуру, та водночас —

методів її контролю. Найкращим шляхом є паралельний розвиток обох напрямів.

1.2 Пружні властивості титанових сплавів медичного призначення

$51\text{Ti}31\text{Zr}10\text{Nb}8\text{Ta}$, $51\text{Ti}31\text{Zr}18\text{Nb}$, $51\text{Zr}31\text{Ti}10\text{Nb}8\text{Ta}$, $51\text{Zr}31\text{Ti}18\text{Nb}$

Упродовж історії розвитку сплавів основною стратегією залишався вибір

одного основного елемента (розчинника) з додаванням незначної кількості

легувальних елементів, що дозволяло цілеспрямовано змінювати властивості

матеріалів. Протягом тисячоліть такий підхід сприяв створенню широкого

спектра сплавів. Однак у сучасних умовах потенціал відкриття принципово

29

нових систем на основі традиційної методології практично себе вичерпав, і

подальше структурних і функціональних характеристик сплавів стає дедалі

більш ускладненим [22].

Поява на початку 2000-х років сплавів з кількома основними елементами

(так зв. мультикомпонентних сплавів) спричинила суттєвий концептуальний

прорив у галузі розробки нових матеріалів та розширення простору для досліджень за межі традиційних бінарних і тринарних систем [23–28]. Такі сплави складаються з кількох основних елементів у порівняних пропорціях, часто утворюючи прості ГЦК або ОЦК тверді розчини [22]. Хоча спочатку ця концепція розвивалась у межах високоентропійних систем, вона виявилася ефективною і для створення біомедичних титанових сплавів на основі Ti, Zr, Nb, Ta та Mo.

Новий концептуальний підхід відкрив можливості для отримання сплавів з винятковими механічними та біологічними характеристиками. Серед них особливу увагу привертають титанові сплави з додаванням Zr, Nb, Ta та Mo, завдяки їхній високій корозійній стійкості, сприятливому співвідношенню міцність/жорсткість, біосумісності та високим характеристикам втомної міцності [29-31]. Такі сплави розглядаються як перспективна альтернатива Ti6Al4V, який, незважаючи на провідну роль серед титанових імплантатів

($\approx 80\%$) [32], містить цитотоксичні Al і V та характеризується порівняно високим

модулем пружності (~ 110 ГПа), що суттєво перевищує модуль кісткової тканини

людини (10–30 ГПа) [33, 34]. Нержавіючі сталі та Co–Cr-сплави, що також

застосовуються для кісткових імплантів, несуть ризики вивільнення алергенних

або потенційно канцерогенних іонів (наприклад, Co, Ni, Cr, Fe), які можуть

спричиняти гіперчутливість або потребувати ревізійного хірургічного втручання

у до 5% пацієнтів [35–38].

З метою подолання викликів, пов'язаних із використанням вищеназваних

сплавів, дослідження було зосереджено на сплавах третього покоління, зокрема

на β - та близьких до β -типу титанових сплавах, таких як Ti–13Nb–13Zr, Ti–

35.3Nb–5.7Ta–7.3Zr (TNTZ) і Ti–24Nb–4Zr–7.9Sn (T2248), які демонструють

30

покращену біосумісність і знижену жорсткість. Проте деякі з цих систем усе ще

мають обмеження міцності [39, 40].

Механічна поведінка та фазова стабільність сплавів на основі Ti–Zr

значною мірою залежать від концентрації валентних електронів (VEC) та параметра атомної неузгодженості δ [41]. Залежно від цих параметрів титанові сплави характеризуються α -, $\alpha+\beta$ -, метастабільною або стабільною β -мікроструктурою при кімнатній температурі [42]. У багатокомпонентних титанових системах спостерігається пряма пропорційна залежність між VEC і модулем пружності, так що сплави β -типу з нижчим значенням VEC зазвичай мають нижчий модуль пружності, тоді як $\alpha+\beta$ -сплави відзначаються вищою міцністю та жорсткістю [43]. Це обумовлює перспективність розробки складів з низьким VEC для ортопедичних застосувань.

Серед найбільш інтенсивно досліджуваних біомедичних сплавів на основі Ti–Zr–Nb варто відмітити системи, що містять Ta та Mo (наприклад, TiZrNbTa, TiZrNbHfTa, TiZrNbHfMo і TiZrNbHfTaMo) [44-46, 47-49]. Висока міцність цих систем частково пояснюється невідповідністю модуля зсуву між компонентами [50, 47, 48]. Наприклад, для TiZrNbTa і TiZrNbHfTa отримано міцність на розтяг ~970 МПа та 1200 МПа, відповідно, та відносним видовженням понад 12% [44,

49]. Сплави з Мо демонструють міцність на стиск понад 1.4 ГПа, але, як

правило, мають знижену пластичність на розтяг [45, 46].

Однак модулі пружності багатьох таких сплавів становлять 83–103 ГПа,

що все ще перевищує значення цих параметрів для людської кістки. Це

обумовлено, головним чином, високими значеннями VEC у Ta та Mo, які

сприяють підвищенню жорсткості всього сплаву. Як показано в [32], вилучення

таких елементів із систем Ti–Zr–Nb дозволяє суттєво зменшити модуль.

Наприклад, сплав Ti₄₅Zr₄₅Nb₁₀ демонстрував низьку жорсткість і сприятливу

інтеграцію з кістковою тканиною in vivo після 12 тижнів імплантації в стегову

кістку щура, отже, стратегічне коригування хімічного складу може підвищити

механічну сумісність.

31

Аналогічно, у [49] було показано, що видалення Mo з п'ятикомпонентного

сплаву Ti–Zr–Nb–Ta–Mo спричиняє зменшення параметра δ і чотирикратне

підвищення пластичності при збереженні міцності. Хоча отриманий модуль (116

± 6 ГПа) залишався вищим за модуль кістки, він був значно нижчим за показник

для сплаву з Мо (153 ГПа), забезпечуючи більш збалансовані характеристики

імплантатів. У цьому дисертаційному дослідженні сплави Ti–Zr–Nb–Ta, зокрема

51Ti–31Zr–18Nb та 51Ti–31Zr–10Nb–8Ta, продемонстрували модулі Юнга 83.34

і 80.6 ГПа відповідно, що суттєво нижче, ніж у майже вищезгаданих еквіатомних

сплавів. Водночас збагачені цирконієм варіанти 31Ti–51Zr–18Nb і 31Ti–51Zr–

10Nb–8Ta, мали дещо вищі значення модулів (89.65 і 91.42 ГПа), незважаючи на

більші δ , що свідчить про те, що параметр δ не є самодостатнім для

прогнозування пружних властивостей.

Також було встановлено специфічні функції елементів цих сплавів. Титан

(Ti) є біосумісною основою й стабілізує α -фазу; Ніобій (Nb) сприяє формуванню

β -фази та забезпечує зменшення модуля зсуву; Тантал (Ta) підвищує стабільність

β -фази, але при високих концентраціях збільшує жорсткість; Цирконій (Zr)

пригнічує утворення ω -фази, підвищує пластичність і в поєднанні з Nb та Ta

сприяє пружному пом'якшенню [29, 41-43, 51, 52].

Це було також підтверджено у [29], де зі зростанням вмісту Zr і Ta та

зменшенням Ti і Nb спостерігалось зростання міцності, модуля Юнга та

мікротвердості. Ці тенденції узгоджуються з результатами дисертаційного

дослідження.

У роботах Тане зі співавторами [51, 52] встановлено, що найнижчі

значення модулів у сплавах Ti–Nb–Ta–Zr спостерігаються поблизу переходу

$\beta \rightarrow \alpha''$, де відбувається значне пом'якшення зсувних сталей. Надмірна

стабілізація β -фази (наприклад, за високої концентрації Nb або Ta) призводить

до збільшення жорсткості, тоді як склади, близькі до переходу, можуть досягати

модуля до 35 ГПа в напрямку [001] монокристалів.

Отже, параметри VEC і δ впливають на модуль не напряму, а через зміни

внутрішніх пружних сталей і фазову стабільність.

32

Подальшу оптимізацію проведено у [41] шляхом вивчення нееквіатомних

сплавів $\text{Ti}_{(25+x)}\text{–Zr}_{25}\text{–Nb}_{25}\text{–Ta}_{(25-x)}$. Збільшення вмісту Ti за рахунок Ta

зменшило δ з 4.72% до 4.65% і трансформувало крихку поведінку в пластичну.

Наприклад, сплави Ti40–Zr25–Nb25–Ta10 і Ti45–Zr25–Nb25–Ta5 демонстрували

відносні деформації понад 18% при міцності понад 900 МПа. Це одні з

небагатьох багатокomпонентних титанових сплавів, що характеризуються

одночасно високою міцністю та пластичністю.

Механічна поведінка матеріалів також може бути відрегульована шляхом

контролю текстури. У [53] було досягнути найнижчий модуль (47 ГПа) серед

об'ємних титанових сплавів шляхом холодної прокатки та формування текстури

у Ti–13Nb–13Zr, що підкреслює важливість мартенситного перетворення й

анізотропії, а не лише стабілізації β -фази.

Теоретичні дослідження [54] підтвердили обернену залежність між

анізотропією модуля пружності й VEC у діапазоні 4.1–4.8. Сплави типу

Ti45Zr45Nb5Ta5 демонстрували виражену анізотропію та низький напрямний

модуль, що відкриває можливості використання пружної анізотропії в

біомедичних виробів. І хоча формування та стабілізація β -фази все ще

залишається пріоритетним з огляду на те, що навантаження на готовий виріб не

завжди є одновісним і не завжди можливо обрати один необхідний напрямок

мінімального модуля E , наразі зростає інтерес до можливості мінімізації E за

допомогою використання природньої анізотропії сплавів, а також різноманітних

термо-механічних обробок.

Однак більшість наявних робіт присвячені дослідженню сплавів у литому

або відпаленому стані [55, 56-58]. Термомеханічна обробка, яка може

сформувати текстуру й знизити жорсткість, залишається малодослідженою, не

дивлячись на її перспективність [53, 54]. Крім того, при підвищенні швидкості

деформування сплавів на основі Ti спостерігається їх квазілінійне зміцнення та

адіабатичне пом'якшення, що є бажаними характеристиками для імплантатів [59,

60]. До того ж, модифікація поверхні відкриває додаткові можливості

регулювання механічних властивостей. Наприклад, дробоструминна обробка

знизила модуль пружності β -Ті з 85 до 65 ГПа на глибину до 400 мкм [61]. В

цьому контексті заслуговує на увагу УЗУО з огляду на її впливати на

підповерхневу структуру, текстуру та пружні характеристики [62, 63].

Доцільним є подальше дослідження потенціалу УЗУО як інструмента впливу

механічні властивості біомедичних титанових сплавів з урахуванням вимог до

імплантаційних матеріалів, особливо враховуючи те, що наразі більшість

досліджень УЗУО зосереджені на хімічному складі поверхні та морфології [64,

65], а її вплив на пружну анізотропію матеріалів залишається недостатньо

висвітленим.

1.3 Текстурні, пружні та механічні властивості дротів зі сплаву Inconel 718,

підданих комплексним впливам наводнювання та ультразвукової ударної

обробки

Водневе окрихчення (ВО) металів і сплавів було вперше задокументовано

майже 150 років тому. У 1874 році Джонсон [66] виявив істотне зниження

границі міцності на розрив зразків сталі та заліза після занурення їх в розчини,

що містили водень. Відтоді з цієї тематики опубліковано понад 38 000 наукових

праць [67], що свідчить про її інженерну важливість, міждисциплінарний

характер і складність проблематики ВО. Детальний огляд фізичних механізмів

ВО і сучасного стану теоретичних уявлень подано в [68 та джерелах, там

процитованих].

Було опубліковано багато наукових праць, спрямованих на вирішення

проблеми ВО. Зокрема, було запропоновано кілька підходів до підвищення

стійкості до ВО, серед яких термічна обробка [69], легування [70, 71] та

нанесення захисних покриттів [72-74]. Проте ці методи часто є затратними й

технологічно складними, тому виникає необхідність у більш простих та

економних стратегіях запобігання ВО [75, 76].

Можна виокремити два основні підходи до розв'язання проблеми ВО:

1) запобігання проникненню та дифузії водню (наприклад, шляхом створення

водневих пасток);

2) підвищення загальної міцності та пластичності матеріалу для підвищення

його опірності руйнуванню, в т. ч. зумовленому ВО.

Для впровадження таких практичних рішень необхідне глибоке розуміння

механізмів ВО. У цьому контексті значний внесок зробили Гаврилюк В.Г. зі

співавторами, запропонувавши електронну концепцію ВО. Їхні результати

подано у низці публікацій, зокрема в оглядовій статті [77] та монографії [78] було

висвітлено два провідні механізми ВО:

1) воднево-індукована декогезія (hydrogen-enhanced decohesion, HEDE),

відповідно до якої водень послаблює атомні зв'язки біля вершини тріщин

та сприяє їх поширенню без залучення дислокацій.

2) воднево-індукована локалізована пластичність (hydrogen-enhanced

localized plasticity, HELP) — водень підвищує рухливість дислокацій,

знижує пружні модулі шляхом підвищення концентрації вільних

електронів, спричиняє рух дислокацій при менших напруженнях та, як

наслідок, може призвести до локального підвищення пластичності та

подальшого руйнування.

Автори відмічають, що моделі HELP та HEDE доповнюють один одного.

HELP посилює локальні напруження перед вершиною тріщини через індуковане

воднем збільшення рухливості дислокацій, тоді як HEDE сприяє поширенню

тріщини через індуковане воднем ослаблення атомних зв'язків в області вершини

тріщини [77].

На основі як *ab initio* розрахунків, так і експериментальних даних було

показано, що водень підвищує густину електронних станів на рівні Фермі в

металах, причому відповідні зміни пружних модулів є специфічними для

кожного металу [77]. У залізі, нікелі та титані наводнювання зазвичай

призводить до зниження пружних модулів через викликане воднем послаблення

міжатомних зв'язків і підвищену рухливість дислокацій. У випадку ніобію,

навпаки, через його негативний фактор кристалографічної анізотропії реакція

пружних модулів на наводнювання може бути протилежною. У нікелі водень

впливає на змішуваність та стабільність фаз [78]. Ці специфічні для матеріалу

ефекти свідчать про те, що воднева крихкість не визначається єдиним

універсальним механізмом, а зумовлена взаємодією між дислокаційною

динамікою, локальним хімічним середовищем, ближнім атомним порядком та

електронною структурою. Ці висновки особливо важливі для складних сплавів,

таких як Inconel 718 та інших суперсплавів на основі нікелю.

У недавньому дослідженні [79] було показано, що характер ВО в Inconel

718 суттєво залежить від природи його фазових виділень. Автори встановили,

що наявність когерентних виділень γ'' посилює чутливість до ВО через сприяння

площинному ковзанню і локалізованій пластичній деформації, які сприяють

ініціації тріщин у присутності водню. Натомість некогерентна δ -фаза полегшує

міжплощинний зсув і забезпечує більш однорідний розподіл деформації, тим

самим пригнічуючи утворення водневих тріщин. Об'ємна частка, морфологія та

розподіл цих фаз істотно впливають не лише на здатність матеріалу до

захоплення водню, а й на домінантні механізми руйнування, зміщуючи режим

руйнування між міжзеренним та внутрішньозеренним залежно від типу виділень.

Отже, контроль фазового складу шляхом термічної або термомеханічної обробки

є критичним параметром для оптимізації стійкості до ВО сплаву Inconel 718 [79].

Розуміння електронних і структурних механізмів ВО забезпечує надійне

підґрунтя для розробки ефективних інженерних рішень. На практиці значна

частина сучасних досліджень зосереджена на пошуку можливостей зменшення

поглинання водню та сповільнити поширення тріщин шляхом мікроструктурних

модифікацій. Одним із найбільш вивчених напрямів є контроль поглинання і

дифузії водню за допомогою методів поверхневої обробки. Було запропоновано

різні методи модифікації поверхні для зменшення проникності та дифузії водню,

зокрема, дробоструминна та лазерна обробки [80, 81], а також ультразвукова

нанокристалічна модифікація поверхні [82]. Ці методи не лише покращують

цілісність поверхні, але й сприяють подрібненню зерна та збільшенню густини

дислокацій у приповерхневому шарі, що загалом створює ефективні пастки для

водню й ускладнює його глибоке проникнення в матеріал.

У роботі [83] було досліджено залежність стійкості до водневої крихкості

36

від розміру зерна для сплаву Inconel 625. Встановлено, що зменшення розміру

зерна у поєднанні зі збільшенням частки карбідів на межах зерен сприяє

зменшенню поглинання водню, але лише за умови, що не досягнуто насичення.

У [84] також спостерігалось, що зменшення розміру зерна (а відповідно —

збільшення частки меж зерен) знижує чутливість до водневої крихкості у сплавах

на основі Fe-Ni, хоча це питання залишається дискусійним. У ГЦК-металах, де

дифузія водню ґраткою відбувається повільніше, межі зерен можуть слугувати

як пастками, так і швидкими шляхами дифузії, залежно від співвідношення

дифузійної здатності у ґратці та вздовж певних типів меж [85]. Попри це, багато

досліджень повідомляють про загалом позитивний вплив подрібнення зерна на

стійкість до водневої крихкості [69].

У [86] зазначено, що дрібнозернисті мікроструктури демонструють вищу

стійкість до водневої крихкості порівняно з крупнозернистими. У [87] виявлено,

що міжзеренні двійники не поглинають атоми водню, тому збільшення кількості

двійників у структурі матеріалу може знизити чутливість до водню.

У зв'язку з цим УЗУО може бути ефективним методом підвищення

стійкості матеріалу до ВО, оскільки вона не лише покращує якість поверхні, але

й сприяє подрібненню зерна у приповерхневому шарі. Крім того, УЗУО збільшує

кількість двійників, які, згідно з [87], не поглинають водень або поглинають його

в меншій мірі.

Другий підхід до протидії водневій крихкості зосереджений на модифікації

об'ємної структури і, зокрема, на формуванні кристалографічної текстури.

Текстура відіграє важливу роль у водневій стійкості [88] через анізотропію

тріщиноутворення та напрямну залежність транспорту водню [89]. Численні

дослідження вивчали вплив кристалографічної текстури на стійкість до ВО

феритних сталей. У сталі Fe–18Ni–Co воднево-індуковані тріщини

зароджуються та поширюються через зерна з орієнтацією $\langle 100 \rangle // ND$, тоді як

текстури $\langle 111 \rangle$ і $\langle 110 \rangle$ //ND стримують розвиток тріщин [90]. У [91] було

виявлено суттєвий вплив кристалографічної орієнтації на дифузію водню:

найшвидша дифузія відбувалась у напрямках $\langle 111 \rangle$, а найповільніша — у

37

напрямах $\langle 100 \rangle$. У трубопровідній сталі API 5L X70 формування домінантних

зерен $\{011\}$ //ND підвищувало стійкість до воднево-індукованого розтріскування,

тоді як виражена текстура $\{001\}$ //ND була високо чутливою до

тріщиноутворення [89].

Текстура може бути сформована як під час стандартної термомеханічної

обробки, так і внаслідок УЗУО. Крім того, УЗУО може підвищити якість

поверхні та таким чином запобігати поглинанню водню. Отже, за допомогою

УЗУО можна реалізувати обидва вищеназвані підходи. З огляду на це,

дослідження УЗУО як потенційного методу підвищення стійкості матеріалів до

ВО є надзвичайно актуальним.

Варто зауважити, що текстура зумовлює анізотропію пружних та

механічних властивостей матеріалу. Це, у поєднанні з можливою локальною

аккумуляцією водню, може призводити до неоднорідного зниження

тріщиностійкості. Тому необхідний ретельний контроль текстури, а також

пов'язаних із нею анізотропних фізико-механічних властивостей, включно з їх

визначенням пошарово та у різних геометричних напрямках.

Метод УЗТА є перспективним для таких досліджень завдяки здатності

комплексно визначати пружні, механічні та текстурні властивості без потреби у

додаткових методах. Основи УЗТА викладені в розділі 1 цієї дисертації. Однак

слід додати єдине уточнення, що для досліджуваних зразків дроту малого

діаметра з аксіальною текстурою метод УЗТА дозволяє визначати властивості

матеріалу у напрямках, недоступних для традиційних вимірювань (наприклад,

уздовж осі дроту). Альтернативні методи аналізу в цих напрямках залишаються

руйнівними та поверхнево-чутливими, а також не надають об'ємної інформації

й вимагають використання складного оснащення.

Таким чином, УЗУО є перспективною технологією для зниження

чутливості матеріалів до ВО, а УЗТА —ефективним методом для оцінки

властивостей матеріалів після УЗУО та впливу водню. ^{43,64} Тому подальші

дослідження в цьому напрямі є необхідними.

Також варто зазначити, що значна увага нині приділяється дослідженню

38

впливу різних деформаційних обробок на підвищення стійкості матеріалу до ВО,

проте аналогічні дослідження тонких дротових зразків практично відсутні.

Висновки до розділу 1

1. УЗТА є перспективним методом дослідження повного спектра текстурних,

пружних та механічних властивостей анізотропних і просторово

неоднорідних матеріалів. Його переваги включають експресність,

відносну простоту, можливість неруйнівного контролю об'єму матеріалу,

а також здатність визначати повний набір зазначених характеристик без

залучення додаткових методик в межах допустимих похибок для

технічних задач.

2. УЗУО є перспективною технологією обробки матеріалів, яка завдяки

наявності змінного деформаційного компонента дозволяє досягати

ефектів, що є важко- або зовсім недосяжними при використанні

традиційних статичних методів. Наразі зростає інтерес до методів

динамічної спрямованої обробки, зокрема за кріогенних температур,

оскільки такі режими часто забезпечують результати, недосяжні при

статичній деформації.

3. Сплави Ti–Zr–Nb–Ta вирізняються відмінною комбінацією біосумісності,

корозійною стійкістю та механічними властивостями, що робить їх

перспективними кандидатами для застосування в медичних імплантатах.

Водночас, їх модуль пружності часто перевищує оптимальний діапазон

для сумісності з кістковою тканиною, що може спричинити ефект

екранування напружень. УЗУО є перспективним методом зниження

пружної жорсткості шляхом модифікації підповерхневої текстури та

посилення анізотропії пружних властивостей. Таким чином, поєднання

оптимального хімічного складу зі способами постобробки, зокрема УЗУО,

може стати ефективною стратегією для створення імплантаційних

матеріалів із покращеними механічними та біологічними

характеристиками.

39

4. УЗУО може бути ефективним методом підвищення стійкості до ВО

завдяки можливості реалізації одразу двох підходів – покращення якості

поверхні та, відповідно, запобігання поглинанню та дифузії водню у

матеріалі, а також підвищення міцності та пластичності матеріалу в певних

напрямах шляхом утворення текстури.

40

РОЗДІЛ 2. МЕТОДИКА ТА ОБ'ЄКТИ

2.1 Основи ультразвукового текстурного аналізу

Ультразвуковий текстурний аналіз (УЗТА) був розроблений та детально

описаний кілька десятиліть тому. Зокрема, теоретичне підґрунтя, представлене в

цьому розділі, взято переважно на роботи К.М. Сейєрса [92].

Якщо розглядати текстурований агрегат, існує відповідність між

пружними сталими кристала C_{ij} та пружними сталими всього анізотропного

зразка C_{ij}

'. Зв'язок між ними встановлюється шляхом перетворення системи

координат кристала 0-XYZ у систему координат зразка 0-xyz за допомогою кутів

Ейлера (рис. 3).

Рис 3. Орієнтація координатної системи кристаліта 0-XYZ відносно

координатної системи зразка 0-xyz задана за допомогою кутів Ейлера ψ , θ , ϕ [92]

Для анізотропного полікристалічного зразка необхідно знати пружні сталі

11

кристаліту у системі відліку зразка. При зміні осей з X, Y, Z на x, y, z , де

$$x = l_1 X + l_2 Y + l_3 Z$$

41

$$y = m_1 X + m_2 Y + m_3 Z$$

$$z = n_1X + n_2Y + n_3Z$$

пружні сталі C_{ij}

' у системі відліку зразка виражаються через відповідні величини

у системі відліку кристалу C_{ij} як:

Передбачається, що полікристалічний агрегат має орторомбічну симетрію,

тобто він характеризується трьома ортогональними площинами дзеркальної

симетрії — xy , yz та zx . Така симетрія, наприклад, притаманна прокатуваному

листу. Кутові дужки у рівняннях вище означають усереднення по всіх

кристалітах зразка, тобто усереднення по функції розподілу орієнтацій кристалів

$W(\xi, \psi, \phi)$, а C задається як $C = C_{11} - C_{12} - 2C_{44}$.

Направляючі косинуси задаються через θ, ψ, ϕ наступним чином [92]:

42

Враховуючи $r(\xi, \psi, \phi)$:

Тоді:

$$\langle r \rangle = \int \int \int r(\xi, \psi, \phi) \omega(\xi,$$

2π

0

1

−1

2π

0

$$\psi,\varphi)d\psi d\xi d\varphi=4\pi^2\sum\limits_{l=0}^{\infty}\sum\limits_{m=-l}^l\sum\limits_{n=-l}^lR_{lmn}W_{lmn}$$

1

$n=-1$

1

$m=-1$

∞

$l=0$

За допомогою простих перетворень і з урахуванням швидкостей ультразвуку

можна отримати [93]:

⌋

⌋

HA

≡

≡

≡

+--+== 440420400

22

1111

/ 70

3

1

10

3

2

2

35

12

3

WWWCKvC a ▯ ▯ ^

(1)

▯

▯

HA

≡

≡

≡

++++== 440420400

22

2222

/ 70

3

1

10

3

2

2

35

12

3

4

WWWCKvC a [□] [└] [^]

(2)

400

22

3333

/ 2

35

32

3

4

WCKvC a [□] [└] [^] ++==

(3)

¬

7

L

HA

≡

≡

≡

≡

+--== 420400

22

32,2344

/

2

5

2

35

16

WWCvC a ▯ L ^

(4)

7

7

L

HA

≡

≡

≡

≡

---== 420400

22

31,1355

/

2

5

2

35

16

WWCvC a ▯ ▯ ^

(5)

()440400

22

21,1266

/ 702

35

4

WWCvC a -+== ▯ ▯ ^

(6)

44

/

420400

2

23

/

3

5

2

5

2

35

16

3

2

CKWWCKC a +-=

7

7

4

84

88

88

88

88

+---= 4 8 4

(7)

55

/

420400

2

13

/

3

5

2

5

2

35

16

3

2

CKWWCKC a +--=

7

7

L

HA

≡

≡

≡

≡

---= L □ L

(8)

() 66

/

440400

2

12

/

3

5

702

35

4

3

2

CKWWCKC a +---+--- = $\frac{1}{2} \frac{1}{2}$

(9)

де K і μ – модуль всебічного стиску та коефіцієнт Пуассона ізотропного

полікристалу, відповідно; ρ – густина матеріалу; C_a – фактор анізотропії, що

розраховується за пружними коефіцієнтами монокристалів. Індекс a вказує на

спосіб усереднення: ($a = V$) – за Фохтом, ($a = R$) – за Ройсом, ($a = H$) – за Хіллом.

При цьому

43

441211 2CCCCV --- (10)

() ()

() $\approx \equiv 2441211$

441211441211

43

250

CCC

CCCCCC

CR

+−

= , (11)

2

RV

H CC

C

+

= (12)

В цій роботі коефіцієнт C_a розраховується за формулою (12).

У рівняннях (1-9) v_{ij}, j_i – усереднені за симетричними індексами поперечні

швидкості ультразвуку ($i, j = 1, 2, 3$):

$$v_{ij,j} =$$

$$v_{ij} + v_{ji}$$

$$2$$

,

(13)

Як видно з рівнянь (1-9), швидкості УЗ пов'язані аналітичним чином з

ефективними пружними коефіцієнтами C_{ij}

та коефіцієнтами ФРОК W_{ijk} (далі –

текстурними коефіцієнтами). Ідея УЗТА полягає у визначенні текстурних

коефіцієнтів на основі вимірюної густини та швидкостей УЗ у певних напрямках.

Використовуючи отримані значення W_{ijk} , можна побудувати полюсні фігури

(ПФ) для основних кристалографічних кубічних кристалів — [100], [110], [111]

[94]:

$$w(\xi, \psi) =$$

$$1$$

$$\sqrt{2\pi}$$

$$\{W_{000} \bar{\diamond} \diamond 0$$

$$0(\xi) + W400\bar{\varphi}^4$$

$$0(\xi) + [W420(\bar{\varphi}^4$$

$$2(\xi) + \bar{\varphi}^4$$

$$-2(\xi)]\cos(2\psi)$$

$$+ W440(\bar{\varphi}^4$$

$$4(\xi) + \bar{\varphi}^4$$

$$-4(\xi))\cos(4\psi)\}$$

$$\text{Тут } \bar{\varphi}^l$$

$$m(\xi) = \sqrt{}$$

$$(2l+1)(l-m)!$$

$$2(l+m)!$$

$$Pl$$

$$m(\xi) \text{ є асоційованою функцією Лежандра та } \xi =$$

$$\cos(\theta), \theta, \psi - \text{кути Ейлера. Значення } \psi = 0 \text{ відповідає напрямку прокатки RD.}$$

$$\text{З ПФ надалі обчислюється відносна інтенсивність відповідних}$$

$$\text{дифракційних ліній як } \Delta I_{ijk} = I_{ijk}(\max) - I_{ijk}(\min)$$

$$\text{Розрахунок екстремальних значень модулів Юнга (E) та зсуву (G),}$$

коефіцієнта Пуассона (η) проводиться за допомогою наступних виразів [95]:

$$1$$

$$E$$

$$= S_{11}$$

$$''$$

$$= S_{11}$$

$$'l_1$$

$$4 + S_{22}$$

$$'l_2$$

$$4 + S_{33}$$

$$'l_3$$

$$4 + (S_{44}$$

$$' + 2S_{23}$$

$$')l_2$$

$$2l_3$$

$$2 + (S_{55}$$

$$' + 2S_{31}$$

$$')l_1$$

$$2l_3$$

$$2 + (S_{66}$$

' + 2S12

')l1

2l2

2

44

1

G12

= S66

"

= 4(S11

' l1

2m1

2 + S22

' l2

2m2

2 + S33

' l3

2m3

2) + (l2m3 + m2l3)2S44

$$' + (l_3m_1 + m_3l_1)2S_{55}$$

$$'$$

$$+ (l_1m_2 + m_1l_2)2S_{66}$$

$$' + 8(S_{12}$$

$$' l_1m_1l_2m_2 + S_{23}$$

$$' l_2m_2l_3m_2 + S_{13}$$

$$' l_1m_1l_3m_3)$$

$$S_{12}$$

$$''$$

$$= S_{11}$$

$$' l_1$$

$$2m_1$$

$$2 + S_{22}$$

$$' l_2$$

$$2m_2$$

$$2 + S_{33}$$

$$' l_3$$

$$2m_3$$

$$2 + S_{12}$$

$$'(l_2$$

$$2m_1$$

$$2+l_1$$

$$2m_2$$

$$2)+S_{13}$$

$$'(l_1$$

$$2m_3$$

$$2+l_3$$

$$2m_1$$

$$2)$$

$$+S_{23}$$

$$'(l_3$$

$$2m_2$$

$$2+l_2$$

$$2m_3$$

$$2)+S_{44}l_2m_2l_3m_3+S_{55}l_2m_2l_3m_3+S_{66}l_1l_2m_1m_2$$

$$\eta_{12}=-$$

$$S_{12}$$

$$''$$

S11

"

де S_{ij}

– ефективні податливості, n_i , m_i , l_i ($i=1..3$) – направляючі косинуси. Матриця

направляючих косинусів виглядає наступним чином:

$[nkl] = [$

$l_1 \ l_2 \ l_3$

$m_1 \ m_2 \ m_3$

$n_1 \ n_2 \ n_3$

$]$

Наступні формули дозволяють обчислити пружні модулі безпосередньо з

виміряних швидкостей ультразвукових хвиль, усереднених по напрямках

поширення; відповідно, отримуються ізотропні пружні модулі, усереднені по

об'єму кристала [96, 97].

$$\bar{\rho} = \rho \bar{t}$$

2

$(3a^2 - 4)$

$$(a^2-1)$$

$$\overline{\phi}\phi=\rho\overline{\phi}\phi t$$

2

$$\overline{\phi}\phi=$$

$$(a^2-2)$$

$$2(a^2-1)$$

$$\theta =$$

$$h$$

$$k$$

$$(\,$$

$$9Np$$

$$4\pi M$$

$$)$$

$$1$$

$$3($$

$$1$$

$$\overline{\phi}\phi l$$

$$3+$$

$$\bar{v}_t$$

3)–

1

3,

$$HV = 2(B2G)0.855 - 3 \quad (14)$$

$$\delta H = 1 - 14.3(1 - \eta - 2\eta^2)HV/E \quad (15)$$

де \bar{v}_l – поздовжня швидкість УЗ, усереднена по напрямках поширення; \bar{v}_t –

поперечна швидкість УЗ, усереднена по напрямках поляризації, $\bar{v}_t =$

$$v_{t1} + v_{t2}$$

2

; $a =$

$$\bar{v}_l$$

$$\bar{v}_t$$

; \bar{v}_l , \bar{v}_t , B , \bar{v}_t – модулі Юнга, зсуву, всебічного стику та коефіцієнт Пуассона,

усереднені по об'єму кристала відповідно; θ – температура Дебая; h – стала

Планка; k – хвильове число; N – число Авогадро; M – молекулярна маса.

Ми коротко розглянули теоретичну основу УЗТА, що використовується

для дослідження у даній дисертаційній роботі. Далі буде розглянуто технологію

проведення УЗ вимірювань, використану апаратуру для УЗТА та УЗУО,

особливості застосування УЗТА та УЗУО на зразках різної геометричної форми

(масивні прямокутні паралелепіпеди, тонкі пластини, дроти).

2.2 Ультразвукові вимірювання та ультразвукова ударна обробка

УЗ вимірювання були проведені в діапазоні частот 10–30 МГц з

використанням імпульсного ехо-методу та автоматизованої апаратури,

розробленої науковим керівником Запорожцем О.І. та детально описаної в

роботах [3, 4, 18, 19]. Програмне забезпечення для УЗ вимірів та подальшої

обробки експериментальних даних розроблено провідним інженером відділу №

29 ІМФ ім. Курдюмова НАНУ Дордієнком М.О. та кандидатом фіз.-мат. наук,

науковим співробітником того ж відділу Михайловським В.А.

Були виміряні поздовжні (v_l) та два поперечні (v_{tmax} and v_{tmin}) УЗ швидкості

в кожному доступному напрямку. Для обчислень використовувалися середні арифметичні значення $v_t = (v_{tmax} + v_{tmin})/2$ та виміряна густина (ρ). Схематичне зображення пружно анізотропного політкристалічного зразка у формі прямокутного паралелепіпеда, наведено на рис. 1. Осям, орієнтованим уздовж напрямків прокатки (RD), поперечного напрямку (TD) та нормального напрямку (ND), відповідно присвоєні арабські цифри 1, 2 та 3. У цьому дослідженні напрямок ND збігається з напрямком деформації (УЗУО та одноразова ударна обробка (УО, англ – high energy shock compression, HESC). Можна виміряти шість поперечних УЗ швидкостей (v_{ij}) ($i, j = 1, 2, 3$) (як показано на рис. 4). Перший індекс при v_{ij} вказує напрямок поширення УЗ хвилі, а другий індекс визначає напрямок її вектора поляризації. Крім того, можуть бути виміряні три поздовжні УЗ швидкості вздовж ортогональних напрямків. УЗ швидкості були визначені за допомогою як методом «на прохід», так і «на відбиття», одночасно з вимірюванням акустичної довжини шляху Δh і часу затримки τ , що відповідають за відбиття одинарного або парного радіоімпульсу($i\nu$).

Інструментальна похибка для v_l та v_t була меншою за 10^{-3} відн. од. для висоти

зразка $\Delta h = 1$ мм. Для мінімізації похибки експериментальні дані були усереднені

на основі 7–10 ультразвукових вимірювань для кожного обробленого зразка.

Одночасно було виміряно густину зразків методом диференціального

гідростатичного зважування за допомогою кварцового стандарту. Це оцінювання

дало похибку в межах 10^{-3} відн. од. при масі зразка 1 г. Для збільшення точності

визначення змін ρ оброблених зразків, маса початкових зразків у повітрі та в

рідині визначалася відносно відповідної маси початкового зразка масою до 10 г.

a) b)

Рис. 4. Схематичне зображення УО (HESC), УЗУО та УЗ вимірювань: а – схема

зразка з ділянками ультразвукових вимірювань у верхній (TS), центральній (CS)

та нижній (BS) частинах зразка, напрямками УО і УЗУО; б – схематичне

зображення прокатного зразка кубоїдної форми для вимірювання швидкостей

об'ємних хвиль ультразвуку та аналізу текстури анізотропних полікристалів.

Усі масивні зразки були піддані УЗУО у напрямку деформації ND, після чого швидкості УЗ були виміряні пошарово збоку RD та TD на трьох ділянках зразка, як показано на рис. 4. Проведення УЗУО було забезпечене завідуючим відділу № 29 ІМФ ім. Курдюмова НАНУ, доктором фіз.-мат. наук Мордюком Б.Н., а ударної обробки – доктором технічних наук, старшим науковим співробітником відділу № 50 Мазанком В. Ф. та молодшим науковим співробітником того ж відділу Вороною С.П.

47

Пристрій, використаний для УЗУО, описаний у [20]. Він складається з ультразвукового генератора потужністю 0,6 кВт з частотою $f = 21$ кГц. Установка УЗУО містить плоский ударний пуансон та плоску наковальню, обидва виготовлені з твердого сплаву WC-Co. Крім того, УЗУО-установка притискається до зразка пружиною, сила якої в цьому дослідженні становила ~90 Н. Коли ультразвукові коливання вмикаються, плоский ударний пуансон, розташований між ультразвуковим резонатором та зразком на наковальні,

починає здійснювати повторювані удари з частотою ~ 1 кГц. У використаному

УЗУО-модулі навантаження зразок міг вільно розширюватися радіально через

відсутність обмежень у цій схемі УЗУО, що впливає на напружений стан і

характер деформації, які відрізняються від тих, що виникають у пристроях УЗУО

з утримувачем, який обмежує розширення зразка [98, 99]. Слід також зазначити,

що особливість застосованої УЗУО полягає в тому, що високочастотний контакт

між зразком, бойком і концентратором призводить до того, що коефіцієнт тертя

зменшується без використання змащування і під час деформації утворюється

«зворотна діжка».

Зразки з латуні (як масивні, так і пластини) були оброблені УЗУО при

кімнатній (кімн-УЗУО) та кріогенних температурах (кріо-УЗУО), однак масивні

зразки Cu-37Zn спочатку піддавалися високоенергетичному ударному стиску

(HESC). Схема HESC була схожа на зображену на рис. 4а, але в напрямку ND

було здійснено один удар за допомогою плоского ударника. Вантаж масою

10,5 кг вільно падав з висоти 1,0 м та 1,75 м, що призводило до деформації зразка

на 11,02% та 18,8% відповідно. Схема етапів обробки наведена на рис. 5.

48

Рис. 5. Схема послідовності застосування ударної обробки (HESC) та УЗУО для

пластин та масивних зразків сплаву Cu-37Zn alloy

У випадку масивних зразків можливо виміряти повний набір із 9 об'ємних

ультразвукових швидкостей, тоді як для тонких пластин ультразвукові

вимірювання можливі лише в напрямку ND (а саме тільки v_{33} , v_{31} , v_{32}), чого

недостатньо для проведення УЗТА. Для дослідження текстури в пластинах

сплаву Cu–37Zn було використано рентгеноструктурний аналіз і метод EBSD

(описані в наступних підрозділах).

У випадку аксіально текстурованих тонких дротів, з огляду на їх малу

товщину, УЗ вимірювання можливі лише для швидкостей, що поширюються в

радіальному напрямку (а саме v_{11} та v_{12} або v_{22} та v_{21}), чого також недостатньо для

аналізу текстури, оскільки необхідно щонайменше три значення v_{ij} , отримані

мінімум з двох ортогональних площин. Завдяки наявності аксіальної текстури

виникають додаткові рівності між швидкостями, а саме $v_{11} = v_{22}$, $v_{21} = v_{12}$, $v_{32} =$

v_{31} , $v_{23} = v_{13}$. Тоді, використовуючи описані вище математичні співвідношення

(а саме рівняння (1–9)), ми можемо обчислити повний набір із 9 значень v_{ij} , як і

для звичайного масивного зразка. Це дає важливу можливість отримати значення

v_{ij} та пов'язані з ними пружні характеристики у всіх напрямках, незважаючи на

недоступність ND для проведення УЗ вимірювань. Схема УЗ вимірювань, УЗУО

і відповідної системи координат дротів наведена на рис. 6.

Для підтвердження результатів УЗТА прямими методами аналізу текстури

проводили EBSD дослідження на поперечному перерізі дротів.

49

Рис. 6. Схема УЗ вимірювань та відповідної системи координат (а) та УЗУО UIT

(б) тонкого дроту зі сплаву Inconel 718

Ці дроти піддавали водневому насиченню з радіального напрямку до/після

УЗУО (послідовність обробки відрізнялася для різних зразків з метою знайти

найкращу комбінацію, що сприяє захисту матеріалу від ВО). Детальний опис

досліджуваних зразків та застосованих режимів обробки наведено у підрозділі

3.6.

2.3 Рентгенівський текстурний аналіз

Цей метод ґрунтується на використанні рентгенівської дифракції (XRD)

для визначення розподілу орієнтацій зерен у полікристалічному зразку. Принцип

методу базується на законі Бреґга [100, 101]:

56

де n — ціле число, λ — довжина хвилі рентгенівського випромінювання, d

— міжплощинна відстань, θ — кут дифракції.

У разі хаотичної орієнтації зерен у полікристалічному матеріалі

дифракційна картина демонструє ізотропний розподіл інтенсивності. У

текстурованих матеріалах частка кристалографічних площин з певною

50

орієнтацією зростає, що призводить до анізотропного розподілу інтенсивності

дифракції, який фіксується у вигляді дифрактограм. Дифрактограма — це графік

залежності інтенсивності дифрагованого рентгенівського випромінювання від кута дифракції (2θ) (see Fig.7).

Рис. 7. Схематичне зображення гонометричної системи з п'ятьма ступенями свободи

Для отримання змістовної інформації про текстуру з дифрактограм аналізуються такі ключові характеристики:

- Положення піків (значення 2θ):

Положення дифракційних піків відповідає конкретним кристалографічним площинам. Зсуви піків можуть свідчити про наявність залишкових напружень, деформацію ґратки або зміну параметрів елементарної комірки.

- Інтенсивність піків:

У хаотично орієнтованому полікристалічному зразку інтенсивності піків відповідають стандартним довідковим значенням. У текстурованих

зразках відхилення від стандартних значень свідчать про переважну

орієнтацію певних зерен. Інтенсивність піків, що відповідають окремим

площинам, може бути суттєво підвищеною або зниженою.

51

- Ширина піків:

Широкі піки вказують на менші розміри кристалітів, наявність

мікродеформацій або розподіл орієнтацій. Вузькі піки характерні для

добре орієнтованих зерен із чіткою текстурою.

- Асиметрія та розщеплення піків:

Асиметричні піки або їхнє розщеплення можуть свідчити про наявність

кількох компонентів текстури або фазових перетворень. Такі особливості

аналізуються за допомогою методів деконволюції для виокремлення

перекриваних сигналів.

- Розрахунок індексу текстури:

Індекс текстури (J) кількісно характеризує ступінь орієнтації зерен у

зразку. Вищі значення J відповідають більш вираженій текстурі, тоді як J

= 1 означає хаотичну орієнтацію.

- Порівняння дифрактограм при різних орієнтаціях зразка:

Збирання дифрактограм при різних кутах нахилу дозволяє оцінити зміни

інтенсивності піків та побудувати полюсні фігури для відновлення повної

текстури за допомогою функції розподілу орієнтацій (ODF).

У цьому дослідженні метод рентгенівської дифракції використовувався

для аналізу текстури тонких плівок сплаву Cu–37Zn, оскільки метод УЗТА був

непридатний для цього випадку. Рентгенівський аналіз приповерхневих шарів

проводився на дифрактометрі Rigaku Ultima IV з використанням мідного

випромінювання (Cu K α , $\lambda = 0.15418$ нм). Була застосована фокусуюча схема

Брегга-Брентано. Сканування здійснювалося з кроком $0,04^\circ$ і часом реєстрації

2 с на кожну точку в діапазоні 2θ від 20° до 100° . Аналіз отриманих спектрів,

а також кількісний і якісний фазовий аналіз виконувалися з використанням

програмного забезпечення PDXL, міжнародної дифракційної бази ICDD (PDF-

2) і відкритої кристалографічної бази COD.

Розрахунок когерентних областей розсіювання (CSR) та ступеня

деформації кристалічної ґратки здійснювався за методом Холдера-

Вагнера[10,33–35]: $\beta \cos \theta = \varepsilon(4 \sin \theta) + k\lambda/D$, (11) де β — фізичне розширення

52

піка на піввисоті (FWHM), θ — кут Бреґґа, λ — довжина хвилі

випромінювання, D — розмір кристалітів, ε — внутрішні напруження.

Автор висловлює подяку кандидату технічних наук, доценту, старшому

науковому співробітнику НТУУ "КПІ ім. Ігоря Сікорського" А.П. Бурмаку за

проведення рентгеноструктурного аналізу зразків сплаву Cu–37Zn.

2.4 Метод дифракції зворотно розсіяних електронів

На відміну від рентгенівської дифракції, метод дифракції зворотно

розсіяних електронів (electron backscattering diffraction, EBSD) забезпечує

просторово роздільний аналіз текстури шляхом побудови карти орієнтацій зерен.

Метод EBSD реалізується в скануючому електронному мікроскопі (SEM), де

сфокусований електронний пучок взаємодіє з полірованою поверхнею зразка,

створюючи зворотно відбиті електрони, які дифрагують з кристалічною

структурою [102]. Ці дифраговані електрони утворюють лінії Кікучі, що містять

інформацію про кристалографічну орієнтацію у кожній точці сканування.

Для отримання якісних EBSD-даних необхідна належна підготовка зразка

та правильне налаштування обладнання:

- Підготовка зразка:

Поверхня зразка має бути ретельно відполірованою — зазвичай шляхом

механічного полірування з наступним йонним травленням для усунення

пошкодженого поверхневого шару. Для ізоляційних матеріалів може бути

нанесене провідне покриття з метою уникнення ефекту заряджання.

- Параметри SEM:

Зразок нахиляється на 70° відносно електронного пучка для оптимізації

умов дифракції. Прискорювальна напруга зазвичай становить 15–30 кВ для

покращення видимості ліній Кікучі. Використання низького струму пучка

дозволяє уникнути перегріву та пошкодження зразка.

- Детектор EBSD:

Фосфоресцентний екран фіксує лінії Кікучі, які зчитуються

високочутливою камерою. Спеціалізоване програмне забезпечення в

53

реальному часі обробляє та індексує ці фігури для визначення орієнтації

кристалічної ґратки у кожній точці сканування.

- Збір EBSD-даних:

EBSD-сканування здійснюється у вигляді сітки вимірювальних точок, у

кожній з яких реєструється лінія Кікучі. Отримані фігури індексуються для

визначення локальної орієнтації, після чого формується карта орієнтацій.

Скануюча платформа мікроскопа послідовно переміщається по обраній

ділянці, забезпечуючи збір ліній Кікучі по всій області. Орієнтаційні дані

зберігаються у вигляді кутів Ейлера, що задають орієнтацію кристалів

відносно координатної системи зразка. На основі EBSD-даних будуються

полюсні фігури, аналогічні тим, що використовуються в рентгенівському

аналізі текстури, але з вищою просторовою роздільністю. Обернені

полюсні фігури показують переважну орієнтацію заданого напрямку

зразка відносно кристалографічних осей. EBSD дозволяє розрізняти

міжзеренні межі з високим і низьким кутом дезорієнтації, що дає змогу

досліджувати процеси рекристалізації та деформації. У багатофазних

матеріалах можна проводити фазовий аналіз, порівнюючи лінії Кікучі з

відомими кристалографічними базами даних.

EBSD забезпечує отримання кольорових карт, де кожному зерну

призначається колір відповідно до його кристалографічної орієнтації. Такі карти

дають змогу візуалізувати варіації текстури в межах зразка. Зображення якості

ліній Кікучі (Band Contrast) дозволяють виділити області з чітко вираженими

фігурами дифракції (наприклад, бездефектні зерна) та зони з порушеною

структурою (наприклад, деформовані або аморфні ділянки).

Гістограми розмірів зерен та розподіл кутів розорієнтації між сусідніми

зернами забезпечують статистичну інформацію про еволюцію текстури та пов'язані механічні властивості.

Аналізуючи полюсні та обернені полюсні фігури, можна визначити

домінуючі компоненти текстури. Функція розподілу орієнтацій (ODF)

54

використовується для кількісної оцінки сили текстури та переважних орієнтацій зерен.

У даному дослідженні метод EBSD був застосований для аналізу

орієнтаційних карт, обернених полюсних фігур тонких плівок Cu–37Zn та дротів

із сплаву Inconel 718. Для зразків Inconel 718 також було визначено частку

кристалітів з основними кубічними орієнтаціями [100], [110] та [111]. У випадку

з плівками Cu–37Zn додатково була виконана оцінка розподілу розмірів зерен.

EBSD-аналіз проводився за допомогою скануючого електронного

мікроскопа JEOL 7800, обладнаного детектором Oxford Nordlys II S, з

подальшою обробкою даних у програмному забезпеченні HKL Channel 5.0.

Зразок був нахилений під кутом 70° і розміщений на робочій відстані 10 мм.

Прискорювальна напруга становила 20 кВ, розмір кроку сканування — 0,5 мкм.

EBSD-аналіз дозволив отримати кристалографічну інформацію про окремі зерна

та відповідні кути дезорієнтації на міжзеренних межах. Розміри зерен

оцінювалися за діаметром кола, площа якого еквівалентна площі зерна.

Автор висловлює вдячність колективу Лабораторії електронної

мікроскопії №43 Інституту металофізики ім. Г. В. Курдюмова НАН України за

професійну підготовку зразків дроту Inconel 718 до дослідження у Франції та за

надані рекомендації щодо вибору параметрів аналізу, а також доктору наук Jean-

Marc Olive і доктору наук Arnaud Proietti (лабораторія електронної мікроскопії

CNRS) — за організацію та висококваліфіковану технічну й методичну

підтримку під час EBSD-аналізу зразків Inconel 718.

2.4 Випробування на розтяг

Застосовуючи до зразка монотонне осьове розтягувальне навантаження до

моменту руйнування, можна визначити критичні механічні характеристики

матеріалу [103].

За умови рівномірного розподілу зовнішньої сили по тілу, певна частина

цієї сили (F) проходить крізь довільну площину поперечного перерізу (A), тоді

як у тілі виникає внутрішня сила (F'), яка чинить опір зовнішньому

55

навантаженню. Ця внутрішня сила на площину перерізу називається

напруженням і визначається як [103]:

Відносна деформація описує відносне подовження або стискання елемента

порівняно з його початковою довжиною.

Для елемента з початковою довжиною L та зміною довжини ΔL , відносна

деформація визначається як [103]:

Основні етапи випробування на розтяг:

1. Підготовка зразків:

- Використовуються стандартизовані зразки для забезпечення рівномірного

розподілу напружень.

- Поверхнева обробка та розміри відповідають стандартам ASTM або ISO.

2. Процедура випробування:

- Зразок закріплюється в захватах та розтягується із сталою швидкістю

деформації.

- Реєструються дані "напруження–деформація" (див. рис. 8) до моменту

руйнування. Аналіз кривої напруження–деформація дозволяє визначити

модуль Юнга (як відношення напруження до деформації в пружній області

кривої), а також основні механічні властивості матеріалу. Перелік цих

властивостей і відповідні точки на кривій наведені нижче:

- Границя текучості (Yield Strength): напруження, при якому починається

незворотна (пластична) деформація.

- Гранична міцність при розтягу (Ultimate Tensile Strength): максимальне

напруження перед початком "шейки" (локального звуження).

- Точка руйнування (Fracture Point): напруження, при якому матеріал

остаточно руйнується.

56

Figure 8. Схематичне представлення стадій деформації при розтягуванні та відповідної кривої напруження–деформація для пластичних матеріалів [104]

У цьому дослідженні розтягувальні випробування були проведені для дротів із сплаву Inconel 718 після водного гартування (WQ), відпалу, а також після наступного насичення воднем та/або УЗУО. Ці експерименти були організовані та проведені доктором фізико-математичних наук, завідувачем відділу №29 Інституту металофізики ім. Г. В. Курдюмова НАН України Б.М. Мордюком та доктором наук, старшим науковим співробітником, завідувачем лабораторії фізики конструкційних матеріалів №44 В.М. Шиванюком.

2.5 Трансмісійна електронна мікроскопія

Трансмісійна електронна мікроскопія (ТЕМ) — це високороздільна методика, що застосовується для аналізу мікроструктури, дефектів і кристалографії матеріалів на нанометровому та атомному рівнях [105]. Метод

ґрунтується на проходженні високоенергетичного електронного пучка (зазвичай 100–300 кВ) крізь тонкий зразок (див. рис. 9). У процесі взаємодії з матеріалом електрони розсіюються, дифрагують і частково поглинаються, формуючи складну контрастну картину, що дозволяє виявити тонкі структурні особливості.

57

Figure 9. Схематична діаграма шляху електронного пучка та формування зображення в TEM [105]

У даному дослідженні метод TEM із використанням мікроскопа JEOL-CX-II 100 був застосований для спостереження мікроструктури зразків тонких пластинок сплаву Cu–37Zn. Планарні фольги для TEM були підготовлені згідно зі стандартною процедурою методом електролітичного полірування. Для менш деформованих зразків було використано метод одностороннього полірування з метою отримання мікроструктурної інформації з приповерхневих шарів товщиною близько 30–50 мкм.

2.6 Електрохімічне наводнювання

Електрохімічне водневе насичення є широко застосовуваним методом для гідрогенізації металевих матеріалів, зокрема тонких дротів (<1 мм), за рахунок використання електричного струму для стимулювання виділення водню на поверхні зразка, зануреного в електроліт [106]. Дріт виступає в ролі катода в електрохімічній комірці, зазвичай у водному кислому розчині (наприклад,

58

H_2SO_4 , HCl) або нейтральних розчинах з додаванням каталізаторів (наприклад, тіомочовина, триоксид миш'яку) для підвищення проникнення водню.

Під час катодної поляризації йони водню (H^+) відновлюються до атомарного водню на поверхні дроту. Частина адсорбованих атомів водню дифундує в металеву ґратку, тоді як інша частина рекомбінує з утворенням молекулярного водню. Щільність струму, час насичення, температура та склад електроліту ретельно контролюються для досягнення бажаної концентрації водню та профілів його дифузії.

Ця техніка є особливо корисною для моделювання явищ ВО, дослідження

механізмів транспорту водню та попереднього насичення зразків перед

механічними чи спектроскопічними дослідженнями. Вона є відносно простою у

реалізації та дозволяє здійснювати як локальне, так і рівномірне водневе

насичення залежно від геометрії установки та розподілу струму. У цій роботі

наводнювання дротів зі сплаву Inconel 718 було організовано доктором фіз.-мат.

наук, старшим науковим співробітником, завідувачем лабораторії фізики

конструкційних матеріалів № 44 ІМФ ім. Г.В. Курдюмова НАНУ. Шиванюком

В.М.

2.7 Характеристика використаних матеріалів

У цьому підрозділі буде коротко наведено опис досліджуваних зразків із

усіх використаних матеріалів.

Масивні зразки Cu–37%Zn мали форму прямокутних

паралелепіпедів розмірами $(4-6) \times (5-8) \times (7-10)$ мм³. Зразки були вирізані з

листа, холоднокатаного до зменшення товщини на 70 %, і піддані відпалу для

зняття залишкових напружень при температурі 320 °C протягом 0,5 години. У

вихідному стані ці зразки були текстуровані по мідному типу, та були

деформовані за умов HESC за ступеня деформації $\varepsilon = 11,02 \%$, а потім — до $\varepsilon =$

18,8 %.

Пластини зі сплаву Cu–37%Zn мали розміри 7×7×0,38 мм³. Зменшення

товщини зразків дозволяє підвищити їхню однорідність по висоті після обробки.

59

Зразки сплавів Ti–Zr використовувалися у двох геометричних формах:

прямокутні паралелепіпеди розмірами (4,5–5,9)×(5–6)×(8–9) мм³ та пластини

товщиною 1,5–1,7 мм. Виготовлення вихідних зразків здійснювали у вакуумно-

дуговій печі з використанням незнімного електрода на водоохолоджуваному

мідному піддоні в атмосфері аргону при надлишковому тиску $P = 0,05$ МПа. Для

очищення аргону в одному з тиглів піддона попередньо переплавляли геттер Ti–

Zr (50/50 мас. %). Маса циліндричних злитків становила 30 г (відхилення маси

не перевищувало 0,01%). Для гомогенізації хімічного складу було проведено 7

переплавлень. Однорідність заданого хімічного складу злитків підтверджено

аналізом двох крайніх частин циліндричних зразків за допомогою

рентгенофлуоресцентного спектрометра VRA-20 (Німеччина). Результати

хімічного аналізу підтвердили об'ємну однорідність заданого складу сплавів і

низький вміст домішок. За даними рентгеноструктурного фазового аналізу, усі

переплавлені сплави у литому стані мали однофазну ГЦК структуру.

У таблиці 2 представлено склад досліджуваних сплавів.

Таблиця 2. Склад сплавів (ат. %)

Зразок № Ti Zr Nb Ta Скорочення

1 51 31 18 - 1TZN

2 51 31 10 8 2TZNT

3 31 51 18 - 3ZTN

4 31 51 10 8 4ZTNT

Зразки сплаву Inconel 718 мали форму тонких дротів товщиною до 1 мм у

радіальному напрямку та довжиною близько 5 мм в осьовому напрямку. Їх було

піддано гартуванню у воді від 1030 °C із наступним відпалом при 870 °C. Після

цього зразки було оброблено за допомогою електрохімічного наводнювання та

УЗУО в різних послідовностях.

60

РОЗДІЛ 3. РЕЗУЛЬТАТИ ТА ОБГОВОРЕННЯ

3.1 Еволюція текстури, зміни пружних та пов'язаних із ними механічних

властивостей масивних зразків та тонких пластин сплаву Cu-37Zn підня

однократної ударної обробки та ультразвукової ударної обробки

У цьому підрозділі наведено порівняння впливу УЗУО на текстурний та

пружний стан пластин та масивних зразків одного й того самого сплаву Cu-37Zn.

Як зазначено в розділі 2, масивні зразки Cu-37Zn у вихідному стані мали

текстуру мідного типу, однак після HESC відбувався перехід до текстури

латунного типу, що є типовим для сплавів такого типу. Тектурний перехід мідь-

латунь також було зафіксовано в [107] для чистої міді після одноразового

високошвидкісного удару, хоча для матеріалів із середнім значенням енергії

дефектів пакування, таких як мідь, зазвичай характерна текстура мідного типу

[5].

На рис. 10 представлені нормовані полюсні фігури зразка у вихідному стані

(рис. 10, а), після HESC до $\varepsilon = 11,02\%$ (рис. 10, б) та після HESC до $\varepsilon = 18,8\%$

(рис. 10, в), а на рис. 11 показано відносну інтенсивність дифракційної лінії $\Delta I(111)$.

Для визначення типу текстури отримані ПФ порівнювалися з даними [17].

Рис. 10. Нормовані полюсні фігури (111) масивних зразків сплаву Cu-37%Zn у

вихідному стані (а), після ударної обробки (HESC) до $\varepsilon = 11.2\%$ (б) та після

HESC до $\varepsilon = 18.8\%$ (в).

61

Рис 11. Відносна інтенсивність дифракційної лінії $\Delta I(111)$ для масивних зразків

сплаву Cu-37%Zn у вихідному стані та після ударної обробки (HESC)

На рис. 12 показані нормовані полюсні фігури (PF) (111) для зразків після

HESC до $\varepsilon = 18,8\%$ (рис. 12, а), кімн-УЗУО (рис. 12, б) та кріо-УЗУО (рис. 12, в).

Як зазначалося вище, зразок після HESC до $\varepsilon = 18,8\%$ має текстуру латунного

типу. Подальша обробка кімн.-УЗУО призводить до зворотного переходу

текстури латунь-мідь. Цей ефект супроводжується певним розсіюванням

текстури, що видно по зменшенню $\Delta I(111)$ (рис. 13).

Рис. 12. Полюсні фігури (111) для масивних зразків сплаву Cu-37%Zn після

ударної обробки (HESC) до $\epsilon = 18.8\%$ (а), після кімн.-УЗУО (b) та після кріо-

УЗУО (с).

62

Рис. 13. Відносна інтенсивність дифракційної лінії $\Delta I(111)$ для масивних зразків

сплаву Cu-37%Zn після ударної обробки (HESC, крайній лівий синій стовпчик)

та різних ділянок тих же зразків після наступних кімн- та кріо-УЗУО

Такий текстурний перехід є нетиповим для сплавів Cu-Zn, і в сучасній

науковій літературі є обмежена кількість таких даних. Це було досягнуто лише у

[21], де чисту мідь було оброблено методом холодної прокатки до загального

зменшення товщини на 70% з охолодженням в крижаній воді після кожних 10%.

Автори пояснюють цей ефект наступним чином: під час холодної прокатки до

70% формуються нові бездислокаційні зерна з кубічною орієнтацією при досягненні 60% деформації в результаті дискретної динамічної рекристалізації, а потім вони розвертаються в бік мідної орієнтації. У цьому дисертаційному дослідженні зворотний перехід текстури латунь-мідь вперше був отриманий за допомогою УЗУО. Можливе пояснення цього може бути таким.

Під час деформації ГЦК-сплавів еволюція текстури відбувається послідовно від текстури мідного типу до латунного типу в межах діапазону деформацій, початок і кінець якого в основному залежать від ЕДП матеріалу. Для матеріалів з низькою ЕДП перехід починається раніше і охоплює ширший діапазон деформацій через обмежену можливість поперечного ковзання і повернення, тоді як для сплавів з високою ЕДП перехід починається на більш високих деформаціях, але слідує подібній еволюції [5]. Отже, наявність латунної текстури свідчить про те, що матеріал досяг пізніх стадій еволюції текстури внаслідок деформації. Наші експериментальні результати вказують, що

знакозмінна складова УЗУО може призвести до зворотного переходу текстури

63

від типу латуні до типу міді. Ми припускаємо, що знакозмінна складова УЗУО

може полегшувати рух дислокацій, руйнуючи точки їх фіксації, що змінює

механізми деформації та впливає на еволюцію текстури. Однак необхідні

подальші дослідження для розуміння всіх деформаційних механізмів. Цей

процес супроводжується зменшенням гостроти текстури (рис. 13) в результаті

звичайного для УЗУО подрібнення зерна [108]. Натомість кріо-УЗУО спричиняє

значно менше розсіювання текстури, а також нерівномірний розподіл

інтенсивності $\Delta I(111)$ по висоті зразка, ймовірно, через вплив рідкого азоту на

контакт між зразком і рогом/нижньою плитою.

Зразок після кріо-УЗУО залишається текстурованим по типу латуні, що

видно на ПФ (рис. 12, в). Відсутність змін текстури після кріо-УЗУО можна

пояснити наступним чином. Згідно з поточними уявленнями [5, 17 та

посиланнями в них], латунна текстура формується внаслідок деформації

двійникуванням. Тому перехід мідь-латунь відбувається на пізніших стадіях

деформації, коли ковзання вже неможливе або обмежене з інших причин

(наприклад, низька температура та/або висока швидкість деформації).

Під час деформації за кімнатної температури можуть відбуватися процеси

динамічного повернення, що здатні зумовити зворотний перехід текстури

латунь-мідь, особливо в матеріалах із високою або середньою ЕДП (наприклад,

алюміній або мідь, відповідно). Крім того, локальне нагрівання, спричинене

деформацією, також може сприяти прискореній структурній релаксації у

досліджуваному сплаві. Подібне індуковане деформацією нагрівання раніше

спостерігалось в різних металах як під час УЗУО [109], так і за наявності

прикладених ультразвукових коливань [110], а також за умов деформації

високошвидкісними ударними навантаженнями [111]. Крім того, було

встановлено, що температура, необхідна для активації динамічної

рекристалізації, істотно знижується в умовах сильної пластичної деформації,

зокрема в матеріалах, що зазнали так званої «мегапластичної» деформації [112].

У вищезгаданому дослідженні [21] саме з метою запобігання динамічному

відновленню прокатої міді після кожних 10% деформації було застосовано

64

гартування. У випадку досліджуваного сплаву Cu–37Zn, який характеризується

низьким ЕДП, основний вплив на перехід текстури здійснює знакозмінна

складова УЗУО. Ці вібрації сприяють вивільненню дислокацій та меж

дислокацій з вузлів закріплення, підвищуючи їх мобільність.

Мікроструктурні дослідження зразків методом TEM виявляють різні

механізми деформації у зразках Cu-37Zn сплаву з різною обробкою (рис. 14). На

рис. 14а показано зображення в світлому полі мікроструктури, що утворилася в

результаті HESC та містить сильно дислоковану матрицю з численними

клубками/пакетами дислокацій та зонами зсуву, ініційованими через високу

швидкість деформації. Відповідний дифракційний патерн містить плями,

розсіяні як в азимутальному, так і в радіальному напрямках. Мікроструктури

зразків, підданих HESC (рис. 14, а), кімн-УЗУО (рис. 14, b) та кріо-УЗУО (рис.

14, с), також показано на цьому малюнку з відповідними дифракційними

патернами. Як видно, після кімн-УЗУО утворюється сильно розорієнтована

ультрадрібнозерниста мікроструктура з розмірами зерен/субзерен 20–50 нм (рис.

14, b). Дифракційні плями є більш розсіяними в азимутальному напрямку та

утворюють кільцеподібний дифракційний патерн. Натомість кріо-УЗУО

призводить до іншого типу еволюції мікроструктури через залучення механізму

двійкування (рис. 14, с). Сильно дислокована матриця розподіляється

численними двійниками, товщина яких коливається від 15 до 40 нм. Відповідний

дифракційний патерн містить додаткові плями, пов'язані з двійкуванням, поряд

з плямами від ГЦК-решітки. Япри цьому розсіювання плям значно менше, ніж у

зразку, підданому кімн-УЗУО (рис. 14, b).

65

Рис. 14. ТЕМ-зображення мікроструктури у світлому полі та відповідні патерни

дифракції електронів з обраних ділянок (SAED patterns) масивних зразків сплаву

Cu-37Zn після HESC (18.8%) (a) та наступних кімн-УЗУО (b) та кріо-УЗУО (c).

Наведені спостереження узгоджуються з залученими механізмами

деформації. При криогенних температурах поперечне ковзання дислокацій,

динамічне повернення та рекристалізація значно пригнічені через знижену

теплову активацію, що обмежує рухливість дислокацій. Це призводить до

накопичення дефектів, ускладненню подальшого ковзання та сприяє посиленню

деформаційного двійнювання. Як результат, текстура латунного типу

зберігається через зменшений внесок ковзання до еволюції текстури.

Досліджуваний сплав Cu-37Zn, як і всі матеріали з низькою ЕДП, загалом

схильний до утворення текстури латунного типу через деформаційне

двійнювання навіть при статичній обробці при кімнатній температурі [5, 113].

Зокрема, еволюція текстури під час статичної деформації була розглянута для

того ж сплаву Cu-37Zn, який зазнав холодної прокатки [113], і було зроблено

висновок, що деформаційне двійнювання є основним механізмом утворення

латунної текстури. Варто наголосити, що оскільки наявність двійнювання була

доведена навіть для випадку статичної деформації при кімнатній температурі, то

деформація при високих швидкостях та низьких температурах, застосована в

дисертаційному дослідженні, значно більше сприяє двійкуванню [114].

Цей результат показує можливість отримання необхідного стану текстури

шляхом вибору правильної комбінації вищезгаданих методів деформації з

урахуванням геометрії зразка.

Аналогічний режим УЗУО був застосований до пластин зі сплаву Cu-37Zn.

Як зазначено в розділі 2, пластини були ізотропними у вихідному стані і не

піддавалися HESC перед УЗУО.

На рис. 15 показано полюсну фігуру [111] для пластин зі сплаву Cu-37Zn у

вихідному стані (рис. 15, а), після кріо-УЗУО протягом 20 с (рис. 15, b) і 60 с

(рис. 15, c), а також після кімн-УЗУО протягом 20 с (рис. 15, d) і 60 с (рис. 15, e).

Очевидно, що навіть після 60 с кімн-УЗУО утворюється текстура мідного типу,

тоді як після 20 с кріо-УУО вже розвивається текстура латунного типу,

незважаючи на те, що остання потребує більших ступенів деформації [46]. Крім

того, інтенсивність дифракційних ліній $\Delta I[111]$ для однакової тривалості УЗУО

значно нижча після кріо-УЗУО порівняно кімн-УЗУО. Це спостереження

свідчить про більше розсіювання текстури у випадку кріо-УЗУО через значне

подрібнення зеренної структури внаслідок залучення більшої кількості

механізмів деформації.

67

Рис. 15. Полісні фігури $[111]$ для пластин сплаву Cu-37Zn alloy у вихідному

стані (а), після 20 с (b) та 60 с (c) кріо-УЗУО (air-UIT) та після 20 с (d) та 60 с (e)

кімн-УЗУО (cryo-UIT)

Це було підтверджено більшими накопиченими деформаціями після кріо-

УЗУО (рис. 16), що свідчить про те, що сплав Cu-37Zn, ймовірно, схильний до

більшої деформації при кріогенних температурах. Це спостереження корелює з

даними літератури і було пояснено більш інтенсивним деформаційним

двійкуванням за кріогенних умов [114].

Рис. 16. Експериментальні залежності накопиченої деформації ϵ_{eff} та поверхневої

мікротвердості HV від тривалості процесу УЗУО

Ці спостереження підтверджуються представленими нижче результатами

мікроструктурного аналізу тих самих зразків (див. рис. 17). Дифракційна картина

рентгенівського випромінювання (рис. 17, b1) та обернені полюсні фігури EBSD

і карти якості зображення (рис. 17, b2) показують, що кімн-УЗУО протягом 20 с

збільшує частку кристалітів (111) і зменшує частку (200) і (220) в напрямку

нормалей до пластини (ND), при цьому незначно впливає на зеренну структуру

в напрямку товщини пластини (TD) (EBSD). У той час як аналогічний режим

кріо-УЗУО призводить до значного подрібнення зеренної структури (рис. 17, c2),

зменшує частку кристалітів (111) і (200) і збільшує частку кристалітів (220) (рис.

17, c1). Відповідні гістограми кута зміщення меж зерен характеризують зеренну

структуру у вихідному стані та після УЗУО, проведеного в різних температурних

режимах. Застосована схема деформації призводить до значного переважання

низько-кутових меж зерен ($2^\circ < \text{LAGBs} < 15^\circ$) порівняно з висококутовими

($\text{HAGBs} > 15^\circ$). Це спостереження можна пояснити впливом ультразвукових

коливань, що виникають під час УЗУО (так званий акустопластичний ефект,

вперше описаний для цинку Блаху і Лангенекером [115]). Однак

мікроструктура зразка, підданого кімн-УЗУО, містить подвійні висококутові

межі зерен у порівнянні зі структурою після кріо-УЗУО. Це слід врахувати при

оцінці зміцнення зерен/субзерен. Аналіз розширення піків XRD, зареєстрованих

69

для зразків після УЗУО, показує подібну тенденцію щодо розміру

зерен/кристалітів. У порівнянні з розміром кристалітів, визначеним для

вихідного зразка ($D \sim 126$ нм), розмір кристалітів зменшився більш ніж удвічі

(~ 54 нм) після кріо-УЗУО і трохи менше (~ 104 нм) після кімн-УЗУО. Збільшення

тривалості УЗУО призводить до ще більшого зменшення розміру кристалітів

(наприклад, ~ 41 нм для кімн-УЗУО).

Тенденція, що спостерігається в аналізах EBSD та XRD, підтверджується

спостереженнями TEM (рис. 18). Мікроструктури, зображені на рис. 18 для досліджених зразків пластин Cu-37Zn в їх вихідному стані, після кімн-УЗУО та кріо-УЗУО, доповнені відповідними вибіровими дифракційними картами електронної мікроскопії (SAED). SAED зі світлого поля TEM для зразка, підданого кімн-УЗУО, виявляє численні азимутально розсіяні плями, що вказує на високий рівень зміщення між утвореними комірками/кристалітами (рис. 18, d). У випадку кріо-УЗУО протягом 20 с були виявлені дефекти пакування (SFs) і деформаційні двійники (TWs), що часто утворюються на перетинах дефектів пакування, що підвищує здатність матеріалу до деформації [114], і це сприяє утворенню мікроструктурних особливостей сплаву Cu-37Zn підданого кріо-УЗУО.

Товщина двійникових ламелей не перевищувала 50–60 нм. Крім того, переплітаються області з бімодальною мікроструктурою, що складається з відносно великих (250–500 нм) областей з низьким дислокаційним навантаженням і інших областей, що містять численні нанорозмірні

дислокаційних комірки ($< 10\text{--}20$ нм). Як показано у відповідній картині SAED, нові плями з TWs і SFs підтверджують появу ГЦП-шарів (ABAB) в межах FCC-шарів (ABCABC) матричного матеріалу (рис. 9b). Отримані результати добре корелюють з даними літератури, де описано, що сплави з низькою ЕДП, піддані кріогенній деформації, схильні до утворення дефектів пакування, деформаційного двійкування та смуг зсуву, замість чи разом з дислокаційною активністю [116-121]. Сплави Cu-Zn, що містять до 38 ваг. % Zn, є однофазними альфа-латунями з ГЦК-решіткою та низькою ЕДП, що зменшується з

70

підвищенням вмісту Zn [116, 121-123], і ЕДП для сплаву Cu₃₇Zn становить менше 7–14 мДж/м² (повідомляється для сплавів Cu₃₀Zn [124-126] і Cu₃₂Zn [116, 121]). Отже, в цьому дослідженні не було виявлено фазових перетворень, на відміну від нещодавно повідомленого переходу $\alpha \rightarrow \beta$ в двофазній латуні Cu-43Zn, викликаному стисненням із високими швидкостями деформації [126].

Подальше посилення деформаційного двійкування можна досягти шляхом

використання процесів високошвидкісної пластичної деформації [114, 116-118, 121, 122, 127, 128].

Збільшення тривалості процесу УЗУО (60 с) призводить до більшого накопиченого ефективного напруження ($\bar{\epsilon} = 1.04$ кімн-УЗУО та $\bar{\epsilon} = 1.41$ для кріо-УЗУО), що супроводжується значним зменшенням розміру зерен/кристалітів (рис. 18, с, f). Мікроструктура зразка, підданного кріо-УЗУО, містить велику кількість нанодвійників та смуг зсуву (SBs), що сприяють значному подрібненню зеренної/кристалітичної структури (рис. 18, с). Значна частина нано- і ультрадрібних дислокаційних комірок (25–150 нм) вже утворилася в зразку після кімн-УЗУО (рис. 18, f). Кільцеподібні SAED карти були зафіксовані для мікроструктур, сформованих в поверхневих шарах сильно деформованих зразків після кімн- та кріо-УЗУО (рис. 18, с, f). Ці новоутворені нанозерна/нанокомірки залишаються сильно насиченими дислокаціями, що демонструє їх потенціал до подальшого подрібнення через вторинний поділ під

більшими накопиченими деформаціями. Утворення нанокристалічних

поверхневих шарів через сильну пластичну деформацію добре задокументоване

в літературі, включаючи випадки деформації низькими (ЕСАР [120]) або

високими швидкостями, такими як динамічна пластична деформація [114],

обробка механічним тертям поверхні [123], піскоструминна обробка [129] та

УЗУО [112, 114]. Крім того, було показано, що кріогенна температура суттєво

гальмує поперечне ковзання дислокацій, динамічне повернення та

рекристалізацію, що природно сприяє подрібненню зерен завдяки перетинам

багатосистемних двійників або смуг зсуву (див. наприклад, перетини двійників

на рис. 9bcd та сильно зміщені нано-розмірні зерна на рис. 18, с, f).

71

Що стосується впливу УЗ коливань під час УЗУО, вони справляють

значний вплив на зразок разом з височастотним ударним навантаженням. Як

показано в роботах [115, 130, 131], залежно від їх інтенсивності, УЗ коливання,

передані через деформований матеріал, можуть призвести як до зміцнення, так і

до релаксації напружень або до обох процесів одночасно, внаслідок їхнього впливу на мікроструктуру, тобто на дислокації обох типів, вакансії та межі зерен/субзерень. Таким чином, процес УЗУО, використаний у цьому дослідженні, ймовірно, здатний змінювати механізми деформації, сприяючи утворенню нетипової мідної текстури в зразку після кімн-УЗУО протягом 60 с, тобто такого, що зазнав значної деформації (зменшення товщини). Крім того, процес кімн-УЗУО, ймовірно, призводить до швидкого зміцнення через дислокаційну активність у поверхневому шарі зразка, що потім захищає глибші шари від деформації. На відміну від цього, процес кріо-УЗУО призводить до поетапної деформації по всій глибині зразка, що забезпечує значне загальне зменшення товщини завдяки залученню деформаційного двійкування та утворення смуг зсуву, так що вони в комплексі призводять до формування латунної текстури. Однак ТЕМ спостереження зразків, підданих кріо-УЗУО, також підтверджують утворення скупчень дислокацій.

Рис. 17. Дифракційні картини (a1-c1), EBSD обернені полюсні фігури та карти

якості зображення з гістограмами кута розорієнтації границь зерен (a2-c2) та

зображення мікроструктури досліджуваних пластин сплаву Cu-37Zn у вихідному

стані (a1, a2), після 20 с кімн-УЗУО (b1, b2) ті після 20 с кріо-УЗУО (c1, c2)

73

Рис. 18. TEM-зображення мікроструктури доповнені патенами дифракції

електронів з обраних ділянок (SAED) досліджуваних пластин сплаву Cu-37Zn у

вихідному стані (a), після кріо-УЗУО впродовж 20 с (b) та 60 с (c) та після кімн-

УЗУО впродовж 20 с (d, e) та 60 с (f).

Добре відомо, що текстура має значний вплив на пружні та механічні

властивості матеріалу. Це буде продемонстровано на прикладі досліджуваних

зразків сплаву Cu-37Zn, як масивних, так і пластин.

Для кращого розуміння пружної поведінки полікристалічного матеріалу та

її залежності від текстурного стану важливо знати орієнтаційні поверхні

пружних модулів для монокристалу цього матеріалу. У цьому дослідженні

орієнтаційні поверхні модуля Юнга (E) та модуля зсуву (G) для монокристалу

Cu-37Zn були реконструйовані на основі літературних даних [132] і наведені на

рис. 19.

Очевидно, що модулі Юнга (E) та зсуву (G) демонструють екстремальні

протилежні значення в кристалографічних напрямках $[100]$ та $[111]$, тоді як

74

напрямок $[110]$ характеризується проміжними значеннями E та G . Пружна

анізотропія полікристалічного агрегату та її зміни після спрямованої пластичної

деформації, такої як УЗУО, безпосередньо зумовлені цим фактом. У цьому

контексті значення пружних параметрів та інших фізико-механічних

характеристик визначаються орієнтацією всього набору кристалітів у вибраному

геометричному напрямку. Інформацію про такі текстурні особливості можна

отримати за допомогою методів EBSD та XRD. Результати, отримані цими

методами, представлені на рис. 6 та 8. Дифрактограма XRD (рис. 17, b1),

обернені ПФ та карти якості зображення EBSD (рис. 17, b2) показують, що кімн-

УЗУО протягом 20 с збільшує частку кристалітів (111) та зменшує частки (200)

та (220) у ND, що очікувано призводить до зростання значень E у цьому

напрямку. Водночас подібний режим кріо-УЗУО зменшує частки (111) та (200)

кристалітів та збільшує частку (220) (рис. 17, с1), що також підвищує E , проте

меншою мірою, ніж у випадку зразків після кімн-УЗУО.

Щодо інших пружних та механічних властивостей досліджуваних пластин

(рис. 20, b), після кімн-УЗУО спостерігається зменшення модуля всебічного

стиску (B), коефіцієнта Пуассона (η) та характеристики пластичності (δH), тоді

як модуль зсуву (G), твердість (HV) та співвідношення G/B збільшуються. При

однаковій тривалості кріо-УЗУО призводить до зростання модуля B , хоча η та

δH залишаються практично незмінними. Вплив кріо-УЗУО на інші пружні та

механічні властивості є якісно подібним до впливу кімн-УЗУО, проте трохи

слабшим (як показано на рис. 20 та 21). При цьому вплив кімн-УЗУО стає значно

більш вираженим після 60 с обробки.

Водночас для масивних зразків (рис. 20, a) значення E зростають після

кімн-УЗУО та зменшуються після кріо-УЗУО (для цих зразків стан після HESC

розглядається як вихідний, а на рис. 20, (а) наведені значення для ND для

коректного порівняння з пластинами, які були досліджені лише в цьому

напрямі). Така різниця пояснюється відмінністю початкового стану масивних

зразків та пластин (текстурованого та ізотропного, відповідно), а також різницею

у максимальних напруженнях, що виникають від статичної накопичувальної та

75

змінної компонентів УЗУО залежно від товщини зразка. З огляду на те, що

модуль E масивних зразків після кріо-УЗУО зазнає переорієнтації (рис. 23, f), а

саме — відхилення максимуму E від ND та зменшення його в RD та TD, значення

ND, наведене на рис. 20, очікувано є нижчим, оскільки воно більше не є

максимальним.

Рис. 19. Орієнтаційні залежності модулів Юнга E (а) та зсуву G (b) для

монокристалі сплаву Cu-37Zn у вихідному стані, відновлені за літературними

даними [130]: $C_{11} = 131.1 \text{ GPa}$; $C_{12} = 101.5 \text{ GPa}$; $C_{44} = 73.8 \text{ GPa}$, $B = 112.03 \text{ GPa}$.

Величини модулів E та G в кожному напрямку проілюстровані не лише за

допомогою кольорового кодування відповідно до шкали кольорів, але й

відстанню від центра тривимірного простору.

76

Рис. 20. Пружні властивості E , G , B , η масивних зразків (a) та пластин (b) сплаву

Cu-37Zn

Вплив УЗУО на механічні властивості масивних зразків та пластин латуні

є якісно подібним (рис. 21), не дивлячись на відмінності у випадку пружних

властивостей. Поведінка як пружних, так і механічних властивостей масивних

зразків є більш складною через їхню товщину, але водночас це є чітким

свідченням того, що механічні властивості залежать не лише від модуля Юнга

(E), а й від усього комплексу пружних параметрів матеріалу. Слід зазначити, що

з точки зору зміцнення досліджуваних зразків сплаву Cu-37Zn отримані

результати не демонструють жодних переваг кріо-УЗУО за застосованих

режимів порівняно з кімн-УЗУО.

Для більш точного пояснення зміни твердості та формування певного

загального виразу, що описує процес зміцнення, можна розглянути різні

механізми зміцнення [99]. Насамперед, до загального закону зміцнення слід

включити член Тейлора. У відомому виразі, заснованому на оберненому

квадратному корені з густини дислокацій ρ , інші параметри (константа $\alpha \approx 0.2$ –

1, константа Тейлора M , модуль зсуву G та вектор Бюргерса b) повинні

77

підбиратися відповідно для γ - та α' -фаз: $\Delta\sigma = \alpha M G b \rho^{-1/2}$. Далі слід врахувати

кілька членів типу Холла-Петча. По-перше, добре відомий закон оберненого

квадратного кореня з розміру зерна D_g : $\Delta\sigma = \sigma_0 + K_1 D_g$

$-1/2$. Додатково, осередки

дислокацій (субзеренна структура) також є ефективним фактором зміцнення,

який необхідно враховувати для зразків, підданих кріо-УЗУО, через член з

оберненим розміром осередку D_c : $\Delta\sigma = \Delta\sigma + K_3 D_c$

–1. Беручи до уваги дані EBSD,

що свідчать про перевагу низько-кутових меж зерен (LAGB) у сформованій

мікроструктурі (рис. 8с1-с3), доцільніше використовувати обернений розмір

зерна для оцінки зміцнення замість стандартного співвідношення Холла-Петча.

Внесок деформаційних двійників у границю плинності слід доповнити

аналогічним членом, що відповідає міждвійниковим відстаням: $\Delta\sigma = K_2\Lambda$

$-1/2$.

Далі, використовуючи відповідні константи матеріалу та відоме співвідношення

Табора, що пов'язує границю плинності та твердість матеріалу ($H \approx 3\sigma_Y$), можна

записати загальний вираз, що описує твердість, шляхом агрегування відповідних

членів із наведеного вище списку.

Рис. 21. Основні механічні характеристики, а саме твердість за Віккерсом H_v ,

параметр пластичності δH , межа плинності $\sigma_{0.2}$ та міцності σ_s для масивних

зразків (a) та пластин (b) зі сплаву Cu–37Zn.

78

Для масивних зразків УЗТА дозволяє проводити пошаровий аналіз

пружних і пов'язаних із ними механічних властивостей у різних геометричних

напрямках, що має важливе значення з точки зору виробничих потреб. Такий

аналіз для масивних зразків сплаву Cu-37Zn наведено нижче.

На рис. 22 представлені: 3D-поверхня модуля Юнга (рис. 22, а), його

значення в ортогональних напрямках (рис. 22, b), його екстремальні значення

(рис. 22, c) та анізотропія (рис. 22, d) після HESC. Як видно (рис. 22, а), модуль

Юнга є сильно анізотропним, а його максимум спостерігається в поперечному

напрямку (TD) (рис. 22, b). Модулі Юнга в усіх геометричних напрямках

зменшуються після першого етапу HESC, а після другого етапу E1 залишається

майже на рівні початкового стану, проте E2 та E3 значно зростають. Це, ймовірно,

зумовлено переорієнтацією кристалографічних напрямків максимального

модуля Юнга паралельно TD та ND, що підтверджується зростанням

інтенсивності максимумів на ПФ (111) (рис. 10), а також збільшенням $\Delta I(111)$ (рис.

11).

Рис. 22. Модуль Юнга сплаву Cu-37Zn після ударної обробки (HESC): (a) the 3D-

поверхня модуля E після ударної обробки (HESC) до 18.8%; (b) значення модуля

E в ортогональних напрямках ND, TD, RD; (c) його екстремальні значення; (d)

анізотропія.

79

На рис. 23 представлені: 3D-поверхня модуля Юнга, його значення в

ортогональних напрямках, екстремальні значення, а також анізотропія після

кімн- (рис. 23, a–d) та кріо-УЗУО (рис. 23, e–h). У першому стовпці кожного

графіка наведені значення після HESC до $\varepsilon = 18,8\%$.

Після кімн-УЗУО модуль Юнга залишається анізотропним (рис. 23, a), а

його значення в напрямку прокатки (RD) все ще менші порівняно з іншими

напрямами для всіх досліджуваних шарів (рис. 23, b). Також спостерігається

поступове зменшення значень E в усіх ортогональних напрямках від верхньої

(TS) до нижньої (BS) поверхні. Анізотропія модуля Юнга зменшується вдвічі як

після кріо-, так і після кімн-УЗУО (рис. 23, c, g). Проте після кріо-УЗУО зміни

текстури не спостерігаються, на відміну від кімн-УЗУО. Отже, цю відмінність не

можна пов'язати з текстурними перетвореннями, а, ймовірно, вона зумовлена

збільшенням частки меж зерен унаслідок їх подрібнення [133], що є типовим для

високошвидкісної та/або криогенної деформації [98, 114, 116, 122, 134].

80

Рис. 23. 3D-поверхня модуля Юнга E (а, е), його значення в ортогональних

напрямках (b, f) та екстремальні (с, g), а також анізотропія (d, h) для різних

ділянок зразків після кімн-УЗУО (air-UIT) (а–d) та крио-УЗУО (cryo-UIT) (е–h) у

порівнянні зі значеннями після ударної обробки (HESC)

На рис. 24 наведені значення модуля зсуву G та коефіцієнта Пуассона η в

ортогональних площинах TD–ND ($G_{2,3}$ та $\eta_{2,3}$), RD–ND ($G_{1,3}$ та $\eta_{1,3}$) та RD–TD

($G_{1,2}$ та $\eta_{1,2}$) після всіх етапів обробки. Після останнього етапу HESC модуль

зсуву найбільш істотно знижується в площині TD–ND (рис. 24, а), а коефіцієнт

Пуассона відповідно збільшується в цій же площині (рис. 24, b). В інших

ортогональних площинах значних змін не спостерігається.

Враховуючи, що після кімн-УЗУО (рис. 24, с, d) значення $G_{2,3}$ та $\eta_{2,3}$

практично повертаються до рівня початкового стану, можна припустити, що це

81

пов'язано, відповідно, з прямим текстурним переходом мідь—латунь та

зворотним — латунь—мідь.

Після кріо-УЗУО (рис. 24, е, ф), навпаки, зміни спостерігаються в площині

RD—TD, що, ймовірно, вказує на частковий перехід до іншого механізму

деформації. Це підтверджується різкими змінами екстремальних значень модуля

Юнга та відхиленням його максимуму від ND. При орієнтації напрямків як $\langle 111 \rangle$

ND, напрями $\langle 112 \rangle$ розташовуються у площині прокатки, а площина $\{111\}$ —

паралельно їй. Така переорієнтація є типовою для металів із ГЦК-ґраткою під час

деформації стиску, включаючи багаторазове ударне стискання під час УЗУО

[96]. З огляду на це, двійникування за системою $\{111\}\langle 112 \rangle$ можна вважати

можливим новим механізмом деформації, оскільки цей механізм характерний

для ГЦК-сплавів [135].

На рис. 25 показані розраховані значення твердості за Віккерсом HV (рис.



25, а–с) та характеристики пластичності за Мільманом δH (рис. 25, d–f) зразків

після кожного етапу обробки.

Як видно, після першого етапу HESC до 11,2% спостерігається незначне

зниження значень твердості за Віккерсом (HV) в усіх ортогональних напрямках.

Після другого етапу HESC значення HV повертаються до початкового рівня в

напрямку прокатки (RD), а в напрямках поперечному (TD) та нормальному (ND)

навіть спостерігається додаткове зміцнення порівняно з вихідним станом. Цей

результат добре корелює зі змінами типу та інтенсивності кристалографічної

текстури (рис. 3, рис. 4). Подальші зміни, індуковані УЗУО, суттєво залежать від

температури обробки (рис. 11, с, е, d, f), подібно до змін пружних властивостей

(рис. 9, рис. 10).

Після кімн-УЗУО значення HV є близькими до тих, що спостерігалися

після другого етапу HESC, особливо в напрямках TD та ND. У напрямку RD

твердість досягає максимального значення, поступово зростаючи від TS до CS та

BS. Натомість після крио-УЗУО значення HV суттєво знижуються порівняно з

HESC. Крім того, вони вирівнюються між напрямками ND, RD та TD, тобто

спостерігається майже повна відсутність анізотропії. Оскільки твердість HV

82

математично пов'язана з пружними модулями (рівняння (14)), ці зміни можуть

бути зумовлені зміщенням максимуму модуля Юнга (E) відносно напрямку ND,

а також зменшенням E у напрямках RD і TD (див. рис. 9f). Відповідні зміни δH

демонструють протилежну тенденцію відповідно до рівняння (15).

Як і у випадку з пластинами Cu-37Zn, проаналізованими в попередньому

дослідженні [3], масивні зразки практично не демонструють змін у жодній з

досліджуваних механічних характеристик після кріо-УЗУО. Таким чином, з

огляду на зміцнення матеріалу, кріогенна обробка не має переваг порівняно з

УЗУО на повітрі.

Рис. 24. Значення модуля зсуву (a, c, e) та коефіцієнта Пуассона (b, d, f) в

ортогональних площинах у вихідному стані та після ударної обробки (HESC) (a,

b), та для різних ділянок зразка після кімн-УЗУО (air-UIT) (c, d), та кріо-УЗУО

(cryo-UIT) (e, f).

83

Рис. 25. Значення твердості по Вікерсу HV (a, c, e) та характеристики

пластичності за Мільманом δH (b, d, f) в ортогональних напрямках у вихідному

стані та після ударної обробки (HESC) (a, b), та для різних ділянок зразка після

кімн-УЗУО (air-UIT) (c, d), та кріо-УЗУО (cryo-UIT) (e, f).

Висновки до підрозділу 3.1:

1) HESC масивних зразків сплаву Cu-37Zn призводить до кристалографічного

переходу мідь–латунь вже при $\epsilon = 11,02\%$. При $\epsilon = 18,8\%$ гострота текстури

латунного типу зростає. Цей ефект типовий для швидкісної спрямованої

деформації стиску таких матеріалів.

2) В зразках латуні з текстурою, сформованою попередньо за допомогою HESC,

після кімн-УЗУО було виявлено аномальний текстурний перехід латунь–

мідь. Відсутність аналогічного переходу після кріо-УЗУО за подібних

параметрів пояснюється відмінністю механізмів пластичної деформації:

дислокаційна активність за кімнатної температури, що підсилюється

знакозмінною складовою УЗУО, на відміну від механізму двійникування,

який є посиленням при кріогенній температурі.

3) Після кріо-УЗУО зміни типу текстури не спостерігалось, що пояснюється

пригніченням руху дефектів та, як наслідок, їх накопиченням, ускладненням

84

дислокаційного ковзання та посилення двійникування, що, у свою чергу,

забезпечує збереження текстури латунного типу.

4) Після HESC було виявлено суттєве збільшення анізотропії модуля Юнга та

його значень у напрямках ND та TD. Ймовірно, це пов'язано з

переорієнтацією кристалографічних напрямків $\langle 111 \rangle$, що відповідають

максимальним значенням E , уздовж ND та TD.

5) Комбінація HESC+УЗУО як за кімнатної, так і за кріогенної температур

призводить до зниження анізотропії модуля E властивостей сплаву майже у

два рази. Це, ймовірно, зумовлено зростанням частки меж зерен внаслідок їх

подрібнення, що є характерним для високошвидкісної та/або кріогенної

деформації.

6) Після кріо-УЗУО зміни модуля зсуву G та коефіцієнта Пуассона η

спостерігаються в площині RD–TD, тоді як у випадку кімн-УЗУО — у

площині ND–TD. Це може вказувати на частковий перехід до іншого

механізму деформації, наприклад, до двійникування.

7) Виявлена кореляція між текстурою та пружними властивостями

досліджуваних зразків свідчить про те, що саме зміна текстури є основним

чинником, який зумовлює варіації пружних модулів у зразках латуні Cu-37Zn

після застосованих обробок.

8) Отримані результати демонструють можливість формування бажаної

текстури та пружного стану матеріалу шляхом вибору оптимальної

комбінації вищезазначених методів високошвидкісної деформації.

9) Для пластин спостерігається більше розсіяння текстури та формування

текстури латунного типу у разі кріо-УЗУО, що пояснюється більш

інтенсивним подрібненням зерен. Таким чином, після кімн-УЗУО

формується текстура мідного типу, а після кріо-УЗУО — латунного типу. Для

зразків після кріо-УЗУО підтверджено інтенсивне двійникування та

подальше утворення смуг зсуву, що також сприяють формуванню текстури

латунного типу. Натомість мікроструктура після кімн-УЗУО переважно

складається з клубків дислокацій, які з підвищенням ступеня деформації

85

трансформуються в дислокаційні нанокмірки та сприяють формуванню

текстури мідного типу.

10) Різниця у впливі УЗУО на процес формування текстури в масивних зразках

та пластинах пояснюється різними максимальними напруженнями, що

розвиваються статичною та знакозмінною складовими УЗУО у цих типах

зразків.

3.2 Вплив хімічного складу та ультразвукової ударної обробки на пружні

та головні механічні властивості сплавів медичного призначення

51Ti31Zr10Nb8Ta, 31Ti51Zr10Nb8Ta, 51Ti31Zr18Nb, 31Ti51Zr18Nb

У цьому підрозділі буде розглянуто вплив хімічного складу та УЗУО на

пружні та пов’язані з ними механічні властивості чотирьох медичних Ti-Zr

сплавів: 51Ti31Zr10Nb8Ta, 31Ti51Zr10Nb8Ta, 51Ti31Zr18Nb, 31Ti51Zr18Nb — у

вихідному стані та після УЗУО. Зразки Ti-Zr-сплавів досліджувалися як у вигляді

масивних заготовок, так тонких пластин.

У таблиці 2 наведено значення параметрів, що характеризують колективну

поведінку компонентів досліджуваних сплавів. Ці значення були розраховані за

виразами, представленими у [136]. Дані для еквіатомного сплаву TiZrNbTa

наведені для порівняння у крайньому правому стовпчику.

86

Таблиця 2. Значення параметрів, що характеризують колективну поведінку компонентів досліджуваних сплавів

Element, %

Atomic radius,

nm

Alloy

1

TZN

2

TZNT

3

ZTN

4 ZTNT 5 TZNT

[20] Ti 0.1462 51 51 31 31 -

Zr 0.1603 31 31 51 51 -

Nb 0.1429 18 10 18 10 -

Ta 0.1430 0 8 0 8 -

Atomic incompatibility δ

incompatibility δ , %

- 4.68 4.68 5.06 5.06 4.8

Mixing enthalpy Δh_{mix}

J/K·mol

- 1.63 1.36 1.92 1.65 2.5

Mixing entropy Δs_{mix} ,

J/K·mol

- 8.44 9.47 8.44 9.47 -

Pauling electronegativity $\Delta\chi$ - 0.14 0.13 0.17 0.16 -

Valent electron

concentration VEC

- 4.18 4.18 4.18 4.18 4.5

$\Omega(\Delta S_{mix}, \Delta H_{mix})$ - 11.25 15.35 9.82 13.01 11.628

VEC досліджуваних сплавів становить 4,18. Це значення є оптимальним

для мінімізації модуля Юнга багатокomпонентних сплавів [137]. Крім того,

згідно з дослідженням [54], $VEC = 4,18$ відповідає одному з найвищих значень

універсального індексу анізотропії (A_u), тоді як VEC еквіатомного сплаву,

навпаки, свідчить про значно меншу анізотропію.

Збільшення концентрації Zr за рахунок заміщення Ti призводить до

зростання атомної неузгодженості (δ) від 4,68% до 5,06%, а часткова заміна

атомів Ta на Nb знижує ентальпію змішування (Δh_{mix}) і підвищує ентропію

змішування (Δs_{mix}).

Вищий вміст Zr спричиняє зростання твердості, модулів E та G, параметра

G/B, а також зменшення коефіцієнта Пуассона та характеристики пластичності

δ_H (див. таблицю 2). Сукупно це вказує, що збільшення вмісту Zr разом із

відповідним підвищенням (δ) приводить до зміцнення сплаву. Водночас вплив

Ta на ці властивості залежить від початкового вмісту Ti та Zr. Наприклад, сплав

із Ta — 2TZNT має нижчий модуль Юнга (та пов'язані з ним параметри)

порівняно зі сплавом 1TZN, тоді як модуль Юнга сплаву 4ZTNT вищий, ніж у

відповідного трикомпонентного сплаву 3ZTN. Відповідне підвищення

температури Дебая TD зі збільшенням вмісту Zr та її зниження після введення Ta

свідчить, відповідно, про зростання та зменшення сил міжатомної взаємодії у

досліджуваних сплавах, що добре корелює зі змінами модуля Юнга.

87

Таблиця 3. Усереднені за об'ємом значення модулів E, G, B, Коефіцієнта Пуасона та

співвідношення G/B, твердості HV та параметра пластичності δH сплавів на основі Ti-Zr

Alloy Debye

temperature

TD

E, GPa G, GPa B, GPa η G/B HV, GPa δH

1TZN 283,17852 83,34 30,55 102,00 0,364 0,3 2,63 0,832

2TZNT 265,05467 80,60 29,41 103,44 0,370 0,28 2,413 0,848

3ZTN 292,05992 89,65 33,41 94,24 0,341 0,35 3,394 0,770

4ZTNT 282,25338 91,42 34,23 92,49 0,335 0,37 3,626 0,750

Ta сама тенденція простежується і для анізотропії всіх досліджуваних

пружних та механічних властивостей, які у початковому стані є значно вищими

для сплавів, що містять Ta. Зокрема, для сплаву 2TZNT величини $\Delta E / \langle E \rangle$,

$\Delta G /$ та $\Delta B /$ перевищують такі для сплаву 1TZN, тоді як анізотропія

сплаву 4ZTNT є меншою порівняно зі сплавом 3ZTN. Варто зазначити, що ця

тенденція зберігається для різних геометричних напрямків (див. таблицю 3).

Ефект часткової заміни Nb на Ta, ймовірно, пов'язаний зі збільшенням включень

α -мартенситу у β -фазному сплаві [138] та змінами у розподілі дендритних

структур у сплавах [41].

88

УЗУО масивних зразків у застосованому режимі в основному призводить

лише до незначних залишкових деформацій стиснення (до 0,1–0,14%) у

Таблиця 4. Пружні параметри (E , G , B , η , та G/B) та механічні властивості (HV , δH ,

$\sigma_{0.2}$, σ_S), їх середні значення $\langle X \rangle$, неоднорідність ($\Delta X / \langle X \rangle$, позначено як $\langle X_{i-j} \rangle$) та

анізотропія (An_{i-j}) для трьох напрямків масивних зразків сплавів TiZrNb та

TiZrNbTa до УЗУО

Alloy

Paramet

er

E ,

GPa

G,

GPa

B,

GPa

η G/ B

HV,

GPa

δH , r.u. $\sigma 0.2$, GPa σS , GPa

1TZN

<RD> 85.11 31.28 101.70 0.360 0.31 2,755 0,824 0,91 0,99

80.79 29.51 102.83 0.369 0.29 2,444 0,845 0,81 0,87

<ND> 84.47 31.05 100.69 0.360 0.31 2,749 0,823 0,91 0,99

<X> 83.45 30.61 101.75 0.363 0.30 2,65 0,83 0,88 0,95

<X3-2> 82.63 30.27 101.76 0.365 0.30 2,60 0,83 0,86 0,93

<X3-1> 84.79 31.16 101.20 0.360 0.31 2,75 0,82 0,91 0,99

<X2-1> 82.81 30.33 102.36 0.365 0.30 2,60 0,83 0,86 0,93

An.3-2,

%

4.45 5.09 2.10 2.47 6.67 -11,96 2,52 -11,63 -12,90

An.3-1,

%

0.75 0.74 1.00 0.00 0.00 -0,22 -0,12 0,00 0,00

An.2-1,

%

5.20 5.82 1.10 2.47 6.67 11,75 -2,64 11,63 12,90

2TZNT

<X1> 77.50 28.14 104.93 0.377 0.27 2,188 0,863 0,72 0,77

<X2> 83.26 30.52 102.05 0.364 0.30 2,624 0,833 0,87 0,94

<X3> 86.04 31.69 100.65 0.357 0.31 2,856 0,816 0,94 1,03

<X> 82.26 30.10 102.57 0.366 0.29 2,56 0,84 0,84 0,91

<X3-2> 84.65 31.10 101.35 0.361 0.31 2,41 0,85 0,80 0,86

<X3-1> 81.74 29.89 102.82 0.367 0.29 2,52 0,84 0,83 0,90

<X2-1> 80.37 29.32 103.50 0.371 0.28 2,74 0,82 0,91 0,99

An.3-2,

%

3.28 3.76 1.38 1.94 3.28 18,12 -3,54 18,87 19,88

An.3-1,

%

10.44 11.87 4.16 5.45 13.79 26,49 -5,60 26,51 28,89

An.2-1,

%

7.17 8.11 2.78 3.51 10.53 8,47 -2,06 7,73 9,14

3ZTN

<X1> 94.39 35.63 89.70 0.325 0.40 4,042 0,716 1,33 1,54

<X2> 87.10 32.25 97.03 0.350 0.33 3,075 0,796 1,01 1,13

<X3> 80.58 29.50 100.05 0.366 0.29 2,520 0,836 0,83 0,90

<X> 87.36 32.41 95.66 0.348 0.34 3,21 0,78 1,06 1,19

<X3-2> 83.83 30.86 98.56 0.358 0.31 3,56 0,76 1,17 1,34

<X3-1> 87.49 32.49 94.97 0.346 0.34 3,28 0,78 1,08 1,22

<X2-1> 90.77 33.92 93.39 0.338 0.36 2,80 0,82 0,92 1,02

An.3-2,

%

7.78 8.91 3.06 4.47 12.90 -27,17 10,58 -27,35 -30,71

An.3-1,

%

15.79 18.82 10.91 11.87 31.88 -46,39 15,46 -46,30 -52,46

An.2-1,

%

8.03 9.96 7.85 7.41 19.18 -19,84 4,90 -19,57 -22,66

4ZTNT

<X1> 91.73 34.38 92.19 0.334 0.37 3,667 0,747 1,21 1,38

<X2> 92.00 34.45 93.11 0.335 0.37 3,640 0,751 1,20 1,37

<X3> 92.06 34.67 89.09 0.328 0.39 3,872 0,725 1,28 1,47

<X> 91.93 34.50 91.46 0.332 0.38 3,73 0,74 1,23 1,41

<X3-2> 92.03 34.56 91.09 0.332 0.38 3,65 0,75 1,21 1,38

<X3-1> 91.90 34.52 90.64 0.331 0.38 3,77 0,74 1,25 1,43

<X2-1> 91.86 34.41 92.65 0.335 0.37 3,76 0,74 1,24 1,42

Ан.3-2,

%

0.06 0.64 4.41 2.11 5.26 -0,74 0,53 -0,83 -0,73

Ан.3-1,

%

0.36 0.84 3.42 1.81 5.26 5,44 -2,99 5,62 6,32

Ан.2-1,

%

напрямку деформації, що можна пояснити недосяжністю межі плинності ($\sigma_{0.2}$)

сплавів під час обробки через недостатній рівень макроскопічних напружень

(σ_A). Проте, завдяки наявності знакозмінної складової деформації під час УЗУО,

модулі E , G , співвідношення G/B та твердість HV істотно зменшуються, тоді як

модуль B , коефіцієнт Пуассона та параметр пластичності δH збільшуються (див.

таблицю 4). УЗУО у більшості випадків знижує просторову неоднорідність

($\Delta X / \langle X \rangle$) та анізотропію ($A_{p.i-j}$) зразків, зокрема й у різних геометричних

напрямках. Це чітко демонструє можливість вибору напрямку з мінімальним

модулем E відповідно до вимог до таких сплавів. Серед досліджених сплавів

сплав 2TZNT після УЗУО має найнижчий модуль Юнга в ND (74,64 ГПа).

Водночас сплав 4TZNT характеризується найнижчою анізотропією E , проте самі

значення E трохи вищі. Таким чином, у кожному конкретному випадку

необхідно визначати, який параметр є пріоритетним.

Результати свідчать про перспективність застосування УЗУО для

зниження анізотропії та неоднорідності пружних і механічних властивостей

медичних сплавів на основі Ti-Zr, а також для зниження абсолютних значень їх

модуля Юнга.

90

Таблиця 5. Пружні параметри (E, G, B, η, та G/B) та механічні властивості (HV, δH,

σ0.2, σS), їх середні значення <X>, неоднорідність (ΔX/<X>, позначено як <Xi-j) та

анізотропія (An.i-j) для трьох напрямків масивних зразків сплавів TiZrNb та

TiZrNbTa після УЗУО

Alloy Parameter

E,

GPa

G,

GPa

B,

GPa

η G/ B

HV, GPa δH, r.u. σ0.2, GPa σS, GPa

1TZN

<X1> 79,18 28,86 103,00 0,372 0,280 2,341 0,851 0,77 0,83

<X2> 79,86 29,15 102,15 0,370 0,285 2,408 0,846 0,79 0,85

<X3> 83,41 30,55 102,96 0,365 0,297 2,602 0,836 0,86 0,93

<X> 80,82 29,52 102,70 0,37 0,29 2,45 0,84 0,81 0,87

<X3-2> 79,52 29,01 102,57 0,37 0,28 2,37 0,85 0,78 0,84

<X3-1> 81,30 29,71 102,98 0,37 0,29 2,47 0,84 0,82 0,88

<X2-1> 81,64 29,85 102,56 0,37 0,29 2,51 0,84 0,83 0,89

An.3-2, % 0,86 1,02 -0,83 -0,59 1,85 2,82 -0,62 2,82 3,23

An.3-1, % 5,20 5,70 -0,03 -1,87 5,74 10,55 -1,87 10,55 11,66

An.2-1, % 4,34 4,69 0,80 -1,28 3,89 7,74 -1,25 7,74 8,44

2TZNT

<X1> 81,63 29,88 101,41 0,366 0,295 2,541 0,837 0,84 0,91

<X2> 79,64 29,01 104,44 0,373 0,278 2,326 0,854 0,77 0,82

<X3> 74,64 26,99 105,84 0,382 0,255 2,007 0,875 0,66 0,69

<X> 78,64 28,63 103,90 0,37 0,28 2,29 0,86 0,76 0,81

<X3-2> 80,64 29,44 102,93 0,37 0,29 2,43 0,85 0,80 0,86

<X3-1> 78,13 28,44 103,63 0,37 0,27 2,27 0,86 0,75 0,80

<X2-1> 77,14 28,00 105,14 0,38 0,27 2,17 0,86 0,71 0,76

An.3-2, % -2,47 -2,98 2,94 1,91 -5,93 -8,84 2,06 -8,84 -10,17

An.3-1, % -8,95 -10,16 4,27 4,44 -14,41 -23,50 4,46 -23,50 -26,47

An.2-1, % -6,49 -7,18 1,33 2,53 -8,51 -14,74 2,40 -14,74 -16,41

3ZTN

<X1> 84,77 31,29 97,26 0,355 0,322 2,901 0,807 0,96 1,06

<X2> 85,08 31,48 95,26 0,351 0,330 3,004 0,797 0,99 1,10

<X3> 86,08 31,95 93,77 0,347 0,341 3,143 0,785 1,04 1,16

<X> 85,31 31,57 95,43 0,35 0,33 3,02 0,80 1,00 1,11

<X3-2> 84,93 31,39 96,26 0,35 0,33 2,95 0,80 0,97 1,08

<X3-1> 85,43 31,62 95,52 0,35 0,33 3,02 0,80 1,00 1,11

<X2-1> 85,58 31,72 94,52 0,35 0,34 3,07 0,79 1,01 1,13

An.3-2, % 0,36 0,62 -2,08 -1,01 2,70 3,51 -1,31 3,51 4,18

An.3-1, % 1,17 1,48 -1,55 -1,18 3,09 4,59 -1,52 4,59 5,33

An.2-1, % -0,90 -1,19 1,75 1,13 -2,91 -4,13 1,46 -4,13 -4,81

4ZTNT

<X1> 85,24 31,72 85,24 0,344 0,349 3,216 0,773 1,06 1,20

<X2> 87,31 32,44 87,31 0,346 0,344 3,212 0,781 1,06 1,19

<X3> 87,58 32,51 87,58 0,347 0,341 3,179 0,786 1,05 1,17

<X> 86,71 32,22 86,71 0,35 0,34 3,20 0,78 1,06 1,19

<X3-2> 86,27 32,08 86,27 0,34 0,35 3,21 0,78 1,06 1,19

<X3-1> 86,41 32,11 86,41 0,35 0,34 3,20 0,78 1,06 1,18

<X2-1> 87,44 32,47 87,44 0,35 0,34 3,20 0,78 1,05 1,18

Ан.3-2, % 2,40 2,24 2,40 0,61 -1,51 -0,13 1,07 -0,13 -0,68

Ан.3-1, % 2,71 2,45 2,71 1,02 -2,54 -1,15 1,66 -1,15 -1,99

Ан.2-1, % 0,31 0,20 0,31 0,41 -1,02 -1,02 0,59 -1,02 -1,31

91

Усереднена за об'ємом просторова неоднорідність ($\Delta X / \langle X \rangle$) та

анізотропія ($An.i-j$) пружних і споріднених механічних властивостей «масивних»

зразків досліджуваних сплавів до та після УЗУО наведені на рисунках 26 і 27.

Рис. 26. Просторова неоднорідність пружних параметрів E , G , B , η , твердості по

Вікерсу HV та характеристики пластичності (δH) для масивних зразків сплавів

$TiZrNb$ (№ 1, 3) та $TiZrNbTa$ (№ 2, 4) у вихідному стані та після УЗУО

(лівий/правий стовпчик, відповідно). УЗУО переважно зменшує неоднорідність

у об'ємі зразків.

92

Рис. 27. Анізотропія пружних параметрів E , G , B , η , твердості по Вікерсу HV та

характеристики пластичності (δH) для масивних зразків сплавів $TiZrNb$ (№ 1, 3)

та $TiZrNbTa$ (№ 2, 4) у вихідному стані та після УЗУО (лівий/правий стовпчик,

відповідно). УЗУО переважно зменшує анізотропію у об'ємі зразків шляхом

релаксації фіксаторів текстурних елементів

На відміну від масивних зразків, УЗУО пластин (рис. 28), виготовлених із

Та-вмісний сплавів (зразки 2TZNT та 4ZTNT), призводить до зміцнення сплавів

(збільшення E , G та HV) за рахунок зменшення розміру в напрямку деформації.

Причиною зміцнення Та-вмісних сплавів при зменшенні їх товщини може бути

зумовлене початком втрати стабільності β -фази.

93

Рис. 28. Пружні характеристики E , G , B та η (a), а також співвідношення

G/B , твердість за Віккерсом H_v і параметр пластичності $\delta H(b)$ для сплавів TiZrNb

та TiZrNbTa у вихідному стані (крайня ліва колонка), для масивних зразків після

УЗУО (середня колонка) та пластин після УЗУО (права колонка).

На рис. 29 показано залежність між коефіцієнтом η та співвідношенням

G/B згідно зі схемою [96], на основі результатів УЗ-досліджень анізотропних та

просторово неоднорідних матеріалів після усереднення. Зеленими маркерами

позначені дані для зразків сплавів TiZrNb та TiZrNbTa. Отримані в цьому

дослідженні пружні параметри добре узгоджуються із теоретичною залежністю

$\eta(G/B)$, що свідчить про якість усереднення. Це дозволяє стверджувати, що

застосований УЗ метод дає змогу отримати кількісні дані про ізотропні пружні

параметри анізотропних та пружно неоднорідних матеріалів, які можуть бути

використані для порівняння з теоретичними розрахунками. Порівняння

отриманих результатів з літературними даними показує, що ізотропні значення

модулів ($E = 77,1\text{--}95,34$ ГПа; $G = 27,99\text{--}35,92$ ГПа; $B = 91,81\text{--}104,63$ ГПа),

коефіцієнт Пуассона $\eta = 0,327\text{--}0,377$, та $HV = 2,504\text{--}3,996$ ГПа є типовими для

багатокомпонентних сплавів на основі Ti-Zr, отже, такі сплави мають

перспективи застосування у медичній галузі за умови подальшого

94

вдосконалення, зокрема, шляхом впливу на пружну анізотропію за допомогою

спрямованих деформацій [139].

Рис. 29. Залежність коефіцієнта Пуассона (η) від співвідношення G/B згідно зі

схемою, запропонованою в [20], на основі результатів власних ультразвукових

досліджень анізотропних і просторово неоднорідних матеріалів після

усереднення. Зеленими маркерами позначені дані для зразків із сплавів TiZrNb

та TiZrNbTa.

Висновки до підрозділу 3.2:

1) Збільшення концентрації Zr шляхом заміщення Ti призводить до підвищення

модулів E, G, B, співвідношення G/B, твердості HV та характеристики

пластичності δH . Ці спостереження вказують на зміцнення сплаву за рахунок

зростання атомної неузгодженості δ . Вплив Ta на зазначені характеристики

залежить від концентрації Ti та Zr.

2) УЗУО переважно зменшує неоднорідність та анізотропію властивостей усіх

досліджуваних сплавів завдяки впливу її знакозмінної компоненти. Виявлено

зростання модулів E, G та твердості HV на тонких пластинах Ta-вмісних

сплавів що може бути ознакою початку втрати стабільності β -фази після УЗУО

3) Отримано дані довідкового характеру щодо значень пружних параметрів у

неоднорідних та анізотропних полікристалах на основі Ti та Zr, що є

95

важливими для їх порівняння з відповідними теоретичними розрахунками.

Порівняння отриманих результатів із наявними літературними даними

показало, що досліджувані багатокomпонентні сплави на основі Ti-Zr та мають

потенціал для використання в медичній сфері за умови подальшого

вдосконалення, зокрема, шляхом впливу на пружну анізотропію та

неоднорідність у режимах спрямованої деформації.

3.3 Вплив ультразвукової ударної обробки на пружні та механічні

властивості, а також стійкість до водневого окиснення тонких дротів

сплаву Inconel 718

На рис. 30 представлені результати механічних випробувань на розтяг

дротів зі сплаву Inconel 718 після різних термомеханічних обробок і

наводнювання.

УЗУО призводить до підвищення всіх досліджуваних характеристик,

включаючи ϵ , що свідчить про підвищення як міцності, так і пластичності сплаву.

Наводнювання очікувано знижує всі характеристики, а наступна УЗУО дещо

відновлює $\sigma_{0,2}$, але ще більше знижує σ_S та ϵ . При цьому наводнювання після

УЗУО підтримує характеристики на рівні, вищому, ніж після WQ+відпалу, а σ_S

навіть перевищує значення, отримані після УЗУО. Таким чином, застосування

комбінації наводнювання + УЗУО є вигідним для цього сплаву. Проте слід

зауважити, що цей результат не можна узагальнювати без більш ґрунтовних

досліджень.

96

Рис. 30. Діаграми напруження-деформації дротів із сплаву Inconel 718 після

водяного гартування (WQ), подальшого відпалу при 870 °C, а також після

наступного наводнювання та УЗУО (USSM) у різних послідовностях.

На рис. 31 показано полюсні фігури (PF) для площини (111), а також

відносні зміни модулів Юнга (E) та зсуву (G), а на рис. 32 — зміни E-, G-модулів

та твердості HV в осьовому напрямку дроту, отримані за результатами УЗТА.

Після УЗУО спостерігається зниження інтенсивності текстури (111) в

осьовому напрямку, а після наступного наводнювання — ще більше зниження.

Анізотропія модулів Юнга та зсуву, а також модуль Юнга в напрямку осі дроту

зменшуються, тоді як модуль зсуву зростає. Це, у свою чергу, призводить до

підвищення твердості матеріалу, оскільки вона завжди залежить від комплексу

його пружних характеристик.

Варто зазначити, що Inconel 718 належить до матеріалів із позитивним

фактором анізотропії, тому залежність E - та G -модулів від кристалографічних

напрямків має вигляд, показаний на рис. 33. Напрямки $\langle 111 \rangle$ відповідають

97

максимальному значенню модуля Юнга (і мініимальному значенню модуля зсуву,

відповідно), напрямки $\langle 100 \rangle$ — навпаки, а напрямки $\langle 110 \rangle$ займають проміжне

положення. Відтак зменшення інтенсивності (111) корелює зі зниженням

значення E в цьому напрямку.

Рис. 31. Полюсні фігури (111), відносні зміни модулів E та G дроту Inconel 718

після WQ (a), WQ + УЗУО (UIT) (b), та WQ + UIT + наводнювання (c)

Рис. 32. Зміни модулів E (a), G (b), та твердості HV (c) після WQ, WQ + УЗУО

(UIT), та WQ + УЗУО (UIT) + наводнювання

98

Рис. 33. Орієнтаційні залежності модулів E (a) та G (b) для монокристалу сплаву

Inconel 718 у вихідному стані, відновлені на основі літературних

даних [132]: $C_{11} = 243.9 \text{ GPa}$; $C_{12} = 154.9 \text{ GPa}$; $C_{44} = 110.8 \text{ GPa}$. Величини

модулів E та зсуву G в кожному напрямку проілюстровані не лише за допомогою

кольорового кодування відповідно до шкали кольорів, але й відстанню від центра

тривимірного простору.

На рис. 34 представлені EBSD-зображення структури зразків після

гартування у воді (WQ), WQ + УЗУО, та WQ + УЗУО + наводнювання (рис. 34,

a–d), а на рис. 35 — частка кристалів з орієнтацією [100] для центральної та

приповерхневої ділянки, а також всієї площі перерізу досліджуваних зразків

(рис. 35, а), а також частка кристалів усіх основних кристалографічних

орієнтацій ([100], [110] та [111]) для всієї площі поперечного перерізу (рис. 35,

б).

Результати свідчать про зниження інтенсивності [111] в осьовому

напрямку дроту після комбінації УЗУО + наводнювання, що корелює з

результатами, отриманими за допомогою УЗТА, та підтверджує можливість

визначення властивостей матеріалу цим методом у напрямках, недоступних для

прямого вимірювання, за умови аксіальної текстури зразків. Додатково

спостерігається збільшення інтенсивності [100], що разом зі зменшенням

значення E (показником чого є зниження інтенсивності [111]) вказує на

зростання модуля зсуву G в осьовому напрямку (згідно з рис. 33).

Цей результат також підтверджує дані УЗТА та дозволяє зробити

висновок, що текстурний фактор відіграє ключову роль у зменшенні модуля

99

Юнга, збільшенні модуля зсуву та, як наслідок, зростання твердості сплаву.

Можливість визначення цих характеристик за допомогою експрес-методу УЗТА

є надзвичайно перспективною для технічних і виробничих задач, враховуючи,

що методи, здатні безпосередньо визначати текстурні та пружні характеристики

з площини поперечного перерізу дроту, є досить громіздкими та

дороговартісними, вимагають ретельної підготовки зразків і не дозволяють

здійснювати контроль в умовах експлуатації.

Рис. 34. EBSD знімки структури поперечного перерізу дроту Inconel 718 після

WQ (a), WQ + УЗУО (b), WQ + наводнювання (c), та WQ + УЗУО +

наводнювання(d)

Рис. 35. Частка кристалітів [100] для центральної та приповерхневої (edge)

ділянок, а також для всієї площі поперечного перерізу дроту Inconel 718 (a), та

частки кристалітів головних кристалографічних орієнтацій для всієї площі

поперечного перерізу дроту Inconel 718 ([100], [110], and [111]) (b)

100

Висновки до підрозділу 3.3:

1) Збільшення частки кристалів з орієнтацією [100] в осьовому напрямку після всіх видів обробки дає підстави стверджувати, що зменшення модуля Юнга E , зростання модуля зсуву G та підвищення твердості H_v сплаву обумовлені текстурним фактором.

2) Підтверджено ефективність застосованого методу УЗТА для дослідження зразків дроту зі сплавів типу Inconel 718, а також перспективність використання УЗУО для запобігання водневій крихкості їхньої поверхні.

101

ОСНОВНІ РЕЗУЛЬТАТИ ТА ВИСНОВКИ

1. Вперше виявлено зворотній текстурний перехід латунь-мідь у масивних зразках сплаву Cu-37Zn після УЗУО при кімнатній температурі. Ефект було пояснено впливом знакозмінної складової ультразвукової ударної обробки (УЗУО), яка сприяє зриву фіксованих сегментів дислокацій шляхом руйнування їх точок закріплення. Відсутність змін типу текстури після УЗУО при криогенній температурі (кріо-УЗУО) пов'язується з

пригніченням руху дефектів і посиленням механізму двійникування, що

призводить до формування латунного типу текстури. Також були

зафіксовані відповідні зміни в пружному стані, твердості та пластичності

сплавів. Отримані результати демонструють можливість формування

заданого текстурного та пружного стану матеріалу шляхом підбору

відповідної комбінації зазначених методів високошвидкісної деформації.

Для пластин із того самого сплаву, на відміну від масивних зразків, УЗУО

на повітрі призводить до формування мідного типу текстури, тоді як кріо-

УЗУО — до очікуваного латунного типу. Така відмінність у дії УЗУО на

масивні зразки та пластини пояснюється зміною максимальних напружень,

що створюються статичною та змінною складовими УЗУО при зміні

товщини зразків.

2. Отримано дані довідкового характеру щодо пружних та механічних

властивостей сплавів $51\text{Ti}31\text{Zr}10\text{Nb}8\text{Ta}$, $31\text{Ti}51\text{Zr}10\text{Nb}8\text{Ta}$, $51\text{Ti}31\text{Zr}18\text{Nb}$,

$31\text{Ti}51\text{Zr}18\text{Nb}$, а також дані щодо впливу кожного елемента Ti, Zr, Nb, Ta

на зазначені властивості.

3. Виявлено зростання модулів E , G та твердості HV на тонких пластинах Ta-

вмісних сплавів що може бути ознакою початку втрати стабільності β -фази

після УЗУО.

4. Показано перспективність застосування високоенергетичних динамічних

обробок, таких як УЗУО, для зменшення анізотропії та неоднорідності

пружних параметрів ВЕСів на основі Ti-Zr медичного призначення.

102

5. Вперше використано метод УЗТА для експериментальних досліджень

пружних, текстурних та головних механічних властивостей дроту малого

діаметру ($d=1$ мм) із суперсплаву Inconel 718, підданого комплексним

впливам наводнювання та УЗУО. Встановлено, що текстурний фактор

відіграє ключову роль у зміні пружних властивостей тонкого дроту зі

сплаву Inconel 718 після наводнювання та/або УЗУО.