

01,14

Эволюция микронапряжений и дефектной структуры при циклическом нагружении титана в суб- и микрокристаллическом состояниях

© М.В. Нарыкова¹, С.С. Манохин², В.И. Бетехтин¹, Ю.Р. Колобов²,
А.Ю. Токмачева-Колобова², А.Г. Кадомцев¹, О.В. Амосова¹

¹ ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН,
Санкт-Петербург, Россия

² ФИЦ Проблем химической физики и медицинской химии РАН,
Черноголовка, Россия

E-mail: Maria.Narykova@mail.ioffe.ru

Поступила в Редакцию 15 июня 2026 г.

В окончательной редакции 17 июня 2026 г.

Принята к публикации 18 июня 2026 г.

Методом рентгеноструктурного анализа проведено сравнительное исследование уровня и распределения микронапряжений решетки (микродоформаций) в технически чистом титане BT1-0 в микрокристаллическом (МК, рекристаллизованное, $\sim 1.5\text{--}2\text{ }\mu\text{m}$) и субмикрокристаллическом (СМК, $\sim 200\text{ nm}$) состояниях. Установлено, что исходный уровень микронапряжений в СМК-состоянии существенно превышает таковой в МК-материале. Циклическое нагружение приводит к дальнейшему росту микроискажений решетки в СМК-титане, тогда как в МК-титане наблюдается лишь их локальное увеличение в зоне максимальных внешних напряжений. Методами просвечивающей электронной микроскопии выявлено, что повышенный уровень микроискажений решетки в СМК-материале коррелирует со значительным увеличением плотности дислокаций и образованием полосовых дислокационных структур — зародышей усталостных трещин. Показано, что, несмотря на более высокую прочность и микротвердость СМК-титана, именно эти структуры, являющиеся следствием повышенных микронапряжений, способствуют локализации пластической деформации и снижению усталостной долговечности при высокоцикловом нагружении.

Ключевые слова: BT1-0, усталостная долговечность, зарождение усталостных трещин, накопление повреждений.

DOI: 10.61011/FTT.2026.06.63562.10215

1. Введение

Ультрамелкозернистые (УМЗ) металлические материалы (размер зерен порядка $1\text{--}10\text{ }\mu\text{m}$) привлекают значительное внимание благодаря уникальному сочетанию физико-механических свойств, недостижимому для их крупнокристаллических аналогов [1]. Здесь и далее термин „ультрамелкозернистый (УМЗ)“ используется как обобщающее обозначение материалов указанного масштаба при ссылках на литературу, тогда как исследуемые в настоящей работе состояния титана BT1-0 обозначаются как субмикрокристаллическое (СМК, средний размер зерна $\sim 200\text{ nm}$, получено интенсивной пластической деформацией) и микрокристаллическое (МК, рекристаллизованное, $\sim 1.5\text{--}2\text{ }\mu\text{m}$). Среди УМЗ-материалов технически чистый титан занимает особое место, являясь одним из наиболее востребованных конструкционных материалов в авиакосмической промышленности, биомедицине и химическом машиностроении благодаря исключительной коррозионной стойкости, биосовместимости и высокому отношению прочности к плотности. В частности, для медицинских имплантатов коммерчески (технически) чистый титан рассматривается как

перспективная замена сплаву Ti-6Al-4V, позволяющая исключить выход вредных для живого организма ионов алюминия и ванадия [2,3].

Формирование УМЗ-структуры в титане методами интенсивной пластической деформации (ИПД) обеспечивает значительное повышение статической прочности. Как показано в недавних работах [4], благодаря комбинации механизмов упрочнения — формированию УМЗ-структуры, дислокационному упрочнению, дисперсионному упрочнению наноразмерными частицами вторичных фаз и зернограницной сегрегации примесей — предел прочности коммерчески чистого титана Grade 4 может быть повышен до 1500 MPa , что многократно превышает прочность исходного крупнозернистого материала. Так, при сочетании равноканального углового прессования (РКУП) с ротационной ковкой предел текучести Grade 4 достигает $\sim 1383\text{ MPa}$ при сохранении умеренной пластичности ($\sim 10\%$), а предел выносливости возрастает примерно на 43% , до $\sim 600\text{ MPa}$, что приближает его к уровню сплава Ti-6Al-4V [2]. Для технически чистого титана Grade 2 после РКУП также показано, что рост усталостной прочности и микротвердости сопровождается формированием сжимающих

остаточных напряжений, способных тормозить развитие усталостной трещины [5]. Однако повышение статической прочности за счет ИПД часто сопровождается понижением пластичности и специфическим поведением при длительных испытаниях, что важно учитывать при режимах высокоциклового усталости.

Вопросы усталостной долговечности УМЗ-материалов являются одними из дискуссионных в современном материаловедении. С одной стороны, измельчение зерна, как правило, приводит к повышению предела выносливости. Так, для титана Grade 2, подвергнутого РКУП, зафиксировано повышение усталостного предела в 1.67 раза [5], который в СМК-состоянии возрос относительно МК. Близкий результат получен и для условного предела выносливости (УПВ) титана BT1-0 [6], который в УМЗ-состоянии (после РКУП) возрастает в 1.55 раза относительно крупнозернистого исходного состояния. С другой стороны, УМЗ-титан обладает повышенной чувствительностью к концентраторам напряжений и демонстрирует более высокую скорость роста усталостных трещин по сравнению с крупнозернистым материалом [5,7,8].

Для рассматриваемого сплава BT1-0 это обстоятельство принципиально, поскольку формирование СМК-и наноструктурированных состояний при обработках, связанных с ИПД, сопровождается увеличением доли границ зерен и запасенной энергии [7,9]. Экспериментальные данные по наноструктурированному нелегированному титану BT1-0 показывают, что такие состояния требуют учета термомеханической стабильности, так как последующее тепловое или циклическое воздействие может приводить к релаксации дефектной структуры и изменению механического отклика [8,10]. С практической точки зрения это согласуется и с результатами по наносекундной лазерной обработке BT1-0: модифицированный приповерхностный слой может выступать структурным барьером для развития усталостных трещин и повышать сопротивление усталости [9,11].

Одним из важных факторов, определяющих усталостное поведение УМЗ-титана, являются внутренние микронапряжения, возникающие в процессе ИПД. Высокая плотность дислокаций, наличие неравновесных высокоугловых границ зерен и неоднородность пластической деформации приводят к формированию значительных внутренних полей напряжений, которые, с одной стороны, вносят вклад в упрочнение материала, а с другой — могут служить концентраторами напряжений и инициировать преждевременное зарождение усталостных трещин. Сжимающие остаточные напряжения, возникающие при ИПД, способны подавлять рост усталостных трещин [5], но их эффект существенно зависит от характера распределения по объему материала и эволюции в процессе циклического нагружения. Как отмечается в работах по УМЗ- и наноструктурированному титану [7,10], решающую роль играет не только абсолютный уровень микронапряжений, но и их пространственное распределение, а также способность микроstructures

релаксации накопленных дефектов в условиях циклического нагружения. Так, прямые рентгенодифракционные измерения *in situ* на титановых сплавах показывают, что значительная часть остаточных напряжений, внесенных интенсивной поверхностной деформацией, релаксирует уже в первые циклы нагружения, причем устойчивость остаточного напряженного состояния определяется кристаллической структурой фаз и плотностью дислокаций [8,11,12].

Многочисленные экспериментальные исследования показывают, что поведение УМЗ-титана при циклическом нагружении не может быть описано в рамках классических представлений, развитых для крупнозернистых материалов. Согласно [7], продолжительность жизни при усталости бездефектных однофазных материалов определяется стадиями зарождения трещины на поверхности, роста коротких трещин и распространения длинных трещин, причем в УМЗ-структуре зарождение трещины и рост коротких трещин требуют, как правило, большего числа циклов, что и обеспечивает повышение усталостной долговечности при умеренных нагрузках. При этом, как показано для Ti Grade 2 и 4 [13], влияние УМЗ-состояния на усталостные свойства зависит не только от размера зерна, но и от способа ИПД, марки титана и состояния поверхности, поскольку трещины зарождаются преимущественно на поверхности. Вместе с тем стабильность УМЗ-микроstructures при высокоциклового усталости может быть ограничена: зафиксирован рост зерен до 30 % уже после 10^5 циклов нагружения [1]. Локализация циклической пластической деформации в полосах скольжения, служащих предшественниками зарождения усталостных трещин, является общим механизмом для металлов с гексагональной плотноупакованной решеткой и приобретает особое значение в УМЗ-структурах с ограниченной подвижностью дислокаций [7,10,14,15]. Многообразие наблюдаемых эффектов — от циклического разупрочнения до аномального роста — требует анализа роли микронапряжений в этих процессах.

Аналогичная тенденция отмечена и для УМЗ-сплава Ti-6Al-4V: ускоренное накопление остаточной деформации при высоких напряжениях, близких к пределу текучести, ограничивает выигрыш в долговечности по сравнению с крупнозернистым состоянием [11,14,16].

Данные по поверхностно упрочненным и циклически деформированным титановым материалам дополнительно показывают, что устойчивость напряженного состояния является переменной величиной. При дробеструйной обработке титанового сплава TC17 сжимающие остаточные напряжения быстро релаксируют в первые циклы и затем выходят на более устойчивый уровень, причем степень релаксации различается для α - и β -фаз [12]. В технически чистом титане Grade 4 при циклическом изгибе с растяжением плотность дислокаций на малых числах циклов распределяется относительно равномерно по сечению, а при больших

числах циклов возрастает в центральной части и предшествует накоплению пор [14]. Эти результаты важны для интерпретации СМК-состояния ВТ1-0, поскольку показывают, что локализация повреждений определяется не только повышенной прочностью, но и тем, где и как накапливаются дислокации и микронапряжения в процессе нагружения.

Анализ современного состояния исследований в области усталостного поведения УМЗ-титана позволяет сформулировать ряд нерешенных проблем. Во-первых, недостаточно систематизированы данные, в которых исходный уровень микронапряжений, их пространственное распределение и релаксация при циклическом нагружении сопоставляются с показателями усталостной долговечности одного и того же титана в МК- и СМК-состояниях. Во-вторых, не выявлены количественные закономерности влияния неравновесной дислокационной структуры, характерной для СМК-состояний, на кинетику накопления усталостных повреждений. В-третьих, не установлены критические параметры микроструктуры, определяющие переход от стадии накопления дефектов к стадии зарождения и распространения магистральной трещины. Наконец, остается открытым вопрос о том, возможно ли целенаправленное управление усталостной долговечностью СМК-титана за счет контроля уровня микронапряжений и дислокационной структуры.

Целью настоящей работы является сравнительное исследование уровня и характера распределения микронапряжений, эволюции дислокационной структуры и усталостных характеристик технически чистого титана ВТ1-0 в МК и СМК состояниях. Основное внимание уделяется выявлению взаимосвязи между исходными микронапряжениями, их изменением в процессе циклического усталостного нагружения и механизмами зарождения усталостных трещин. Полученные результаты позволяют объяснить причины неоднозначного влияния измельчения зерна на усталостную долговечность титана и предложить пути оптимизации структуры для повышения ресурса работы при циклических нагрузках.

Настоящая работа продолжает цикл исследований авторов, посвященных усталостному разрушению титана ВТ1-0 в суб- и микрокристаллическом состояниях [6,17].

2. Материалы и методы исследований

Объектом исследований являлся сплав технически чистого титана ВТ1-0 в СМК- и рекристаллизованном МК состояниях. СМК-состояние получали методом механико-термической обработки (МТО) по оригинальной технологии сочетанием продольной сортовой и поперечно-винтовой прокатки [3,7,16]. МК-состояние получали из СМК путем отжига при 550 °С (823 К) в течение 1 h.

Образцы испытывались при нагрузках, близких к условному пределу выносливости, на динамической испытательной машине Instron Electropulse E3000 с

электромагнитным приводом. Испытания проводились с частотой 50 Hz по схеме растяжение—релаксация и последующей записью количества пройденных циклов. Изменение нагрузки на образец по схеме „нагружение—релаксация“ осуществлялось по синусоидальному закону в пределах максимальной нагрузки, близкой к условному пределу выносливости, и нижней точки нагружения, равной 20 % от максимальной. Таким образом, были проведены испытания методом циклического нагружения растяжением в симметричном цикле с постоянной пиковой нагрузкой, при которой образцы выдерживают 10^6 циклов без разрушения, и разном количестве циклов: $1 \cdot 10^6$, $8 \cdot 10^5$, $6 \cdot 10^5$, $4 \cdot 10^5$, $2 \cdot 10^5$. Нагрузка, при которой образцы выдерживают 10^6 циклов без разрушения (условный предел выносливости) определялась экспериментальным путем на минимальном количестве образцов в 5 pcs, для которых была проведена пробная серия испытаний, определившая величины условных пределов выносливости для СМК- и МК-состояний в 400 и 300 МПа соответственно. Далее были проведены испытания методом циклического нагружения растяжением в асимметричном цикле с постоянной пиковой нагрузкой, при котором образцы выдерживают 10^6 циклов без разрушения с доведением количества циклов до разрушения образцов.

Методами оптической и растровой электронной микроскопии (РЭМ) была изучена эволюция структуры в объеме образцов. Поперечные срезы приповерхностного слоя изготавливались методом фокусированного ионного пучка на двухлучевом электронно-ионном микроскопе Scios (FEI, США) с предварительным локальным осаждением защитного слоя Pt|C. Структурные и дифракционные исследования, а также элементное картирование выполнялись на просвечивающем/сканирующем просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ/ПРЭМ) Tecnai Osiris (FEI, США) при ускоряющем напряжении 200 kV. Микронапряжения определяли методом Вильямсона–Холла по уширению рентгеновских пиков (дифрактометр ARL X'TRA, CuK-излучение) [8,14,17,18]. Для исследования особенностей развития пластической деформации в титане с МК- и СМК-структурой проводилось измерение микротвердости по методу Виккерса на ПМТ-3 нагрузкой 3Н вдоль всей рабочей части образцов (интервал отпечатков не менее $250 \mu\text{m}$). В образцах, доведенных до разрушения, измерения проводились на участке рабочей области большей длины из двух разрушившихся частей исходного образца.

Относительное изменение плотности (дефект плотности) рассчитывалось как $\Delta\rho/\rho = (\rho_{\text{ini}} - \rho)/\rho_{\text{ini}}$, где ρ_{ini} — плотность исходного (недеформированного) состояния, ρ — плотность образца после циклического нагружения. Относительная точность $\Delta\rho/\rho$ составляла 0.01 %. Величина $\Delta\rho/\rho$ характеризует суммарный объем образовавшихся при нагружении несплошностей (нанопор, микротрещин) и служит интегральной мерой повреждаемости материала [17]. Измерения проводили

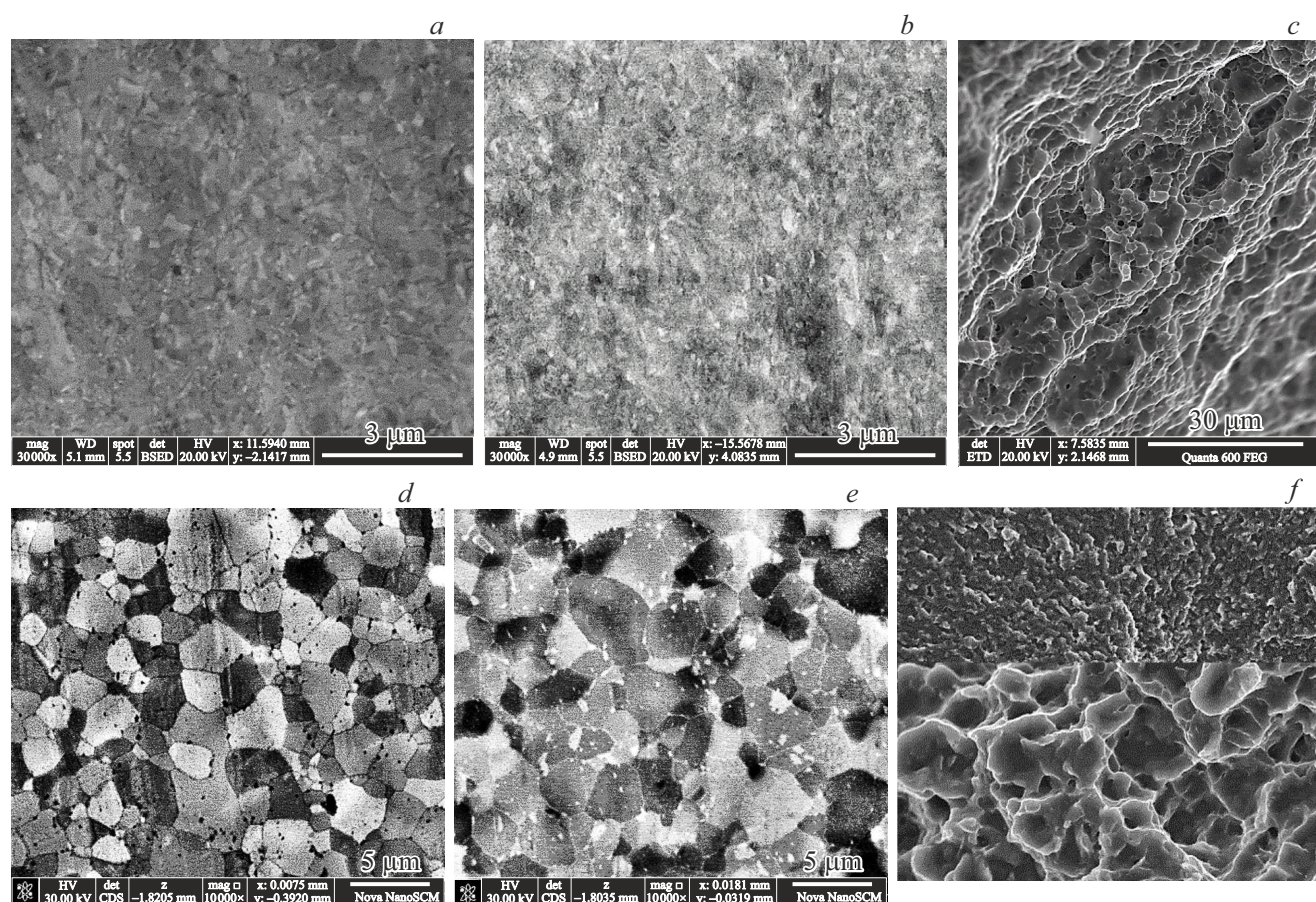


Рис. 1. РЭМ-изображения образцов BT1-0 до и после усталостных испытаний для SMK- (*a, b, c*) и МК- (*d, e, f*) состояний. SMK: *a*) исходный образец, *b*) $8 \cdot 10^5$ циклов, *c*) вид излома разрушенного образца. МК: *d*) исходный образец, *e*) $8 \cdot 10^5$ циклов, *f*) вид излома разрушенного образца.

на образцах SMK- и МК-титана до и после усталостных испытаний, доведенных до разрушения при различном числе циклов N .

3. Экспериментальные результаты и их обсуждение

3.1. Микротвердость и структурные исследования на различных этапах усталостного нагружения

Образцы титана в SMK- и МК-состояниях после различного количества циклов нагружения N (при сохранении напряжения для каждой из серий образцов) были исследованы методами оптической и растровой электронной микроскопии. На рис. 1 в качестве примера приведены изображения зеренно-субзеренной структуры образцов сплава BT1-0 в SMK- и МК-состояниях до испытаний на циклическую усталость (рис. 1, *a* и *d*), после $N = 8 \cdot 10^5$ циклов (рис. 1, *b* и *e*) и вид излома разрушенного образца (рис. 1, *c* и *f*). На рис. 2 представлены результаты статистической обработки структур в

виде гистограмм распределения зерен по размерам для образцов после испытаний (рис. 2). В SMK-образцах титана сложно обнаружить какие-либо структурные изменения в зеренно-субзеренном ансамбле, наблюдаемом на снимках РЭМ (рис. 1). Средний размер зерна в образце после испытаний на циклическую усталость составляет около 200 nm для SMK, т.е. как и до испытаний. Наблюдается появление отдельных крупных зерен (1–2 pcs в поле зрения) размером более 500 nm с ростом числа циклов (при $\geq 8 \cdot 10^5$). Для титана с МК-структурой средний размер зерна составляет 1.5–2 μm и сохраняется при циклических испытаниях вплоть до разрушения.

На рис. 3 представлены результаты измерений микротвердости по Виккерсу. На рис. 3, *a* показана зависимость средней микротвердости (усредненной по рабочей части образца) от числа накопленных циклов N для МК- и SMK-состояний. Видно, что исходная микротвердость SMK-титана (~ 270 HV) примерно на 30 % превышает соответствующую для МК-титана (~ 190 HV), что объясняется упрочнением по Холлу–Петчу вследствие меньшего размера зерна, а также высоким уровнем

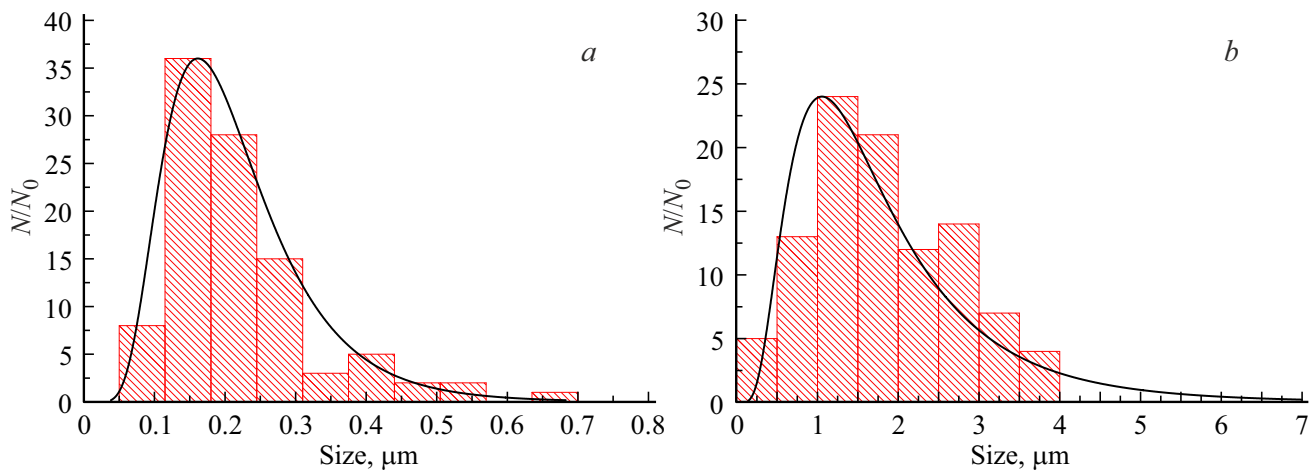


Рис. 2. Гистограммы распределения зерен по размерам в а) СМК- и б) МК-образцах, доведенных до разрушения.

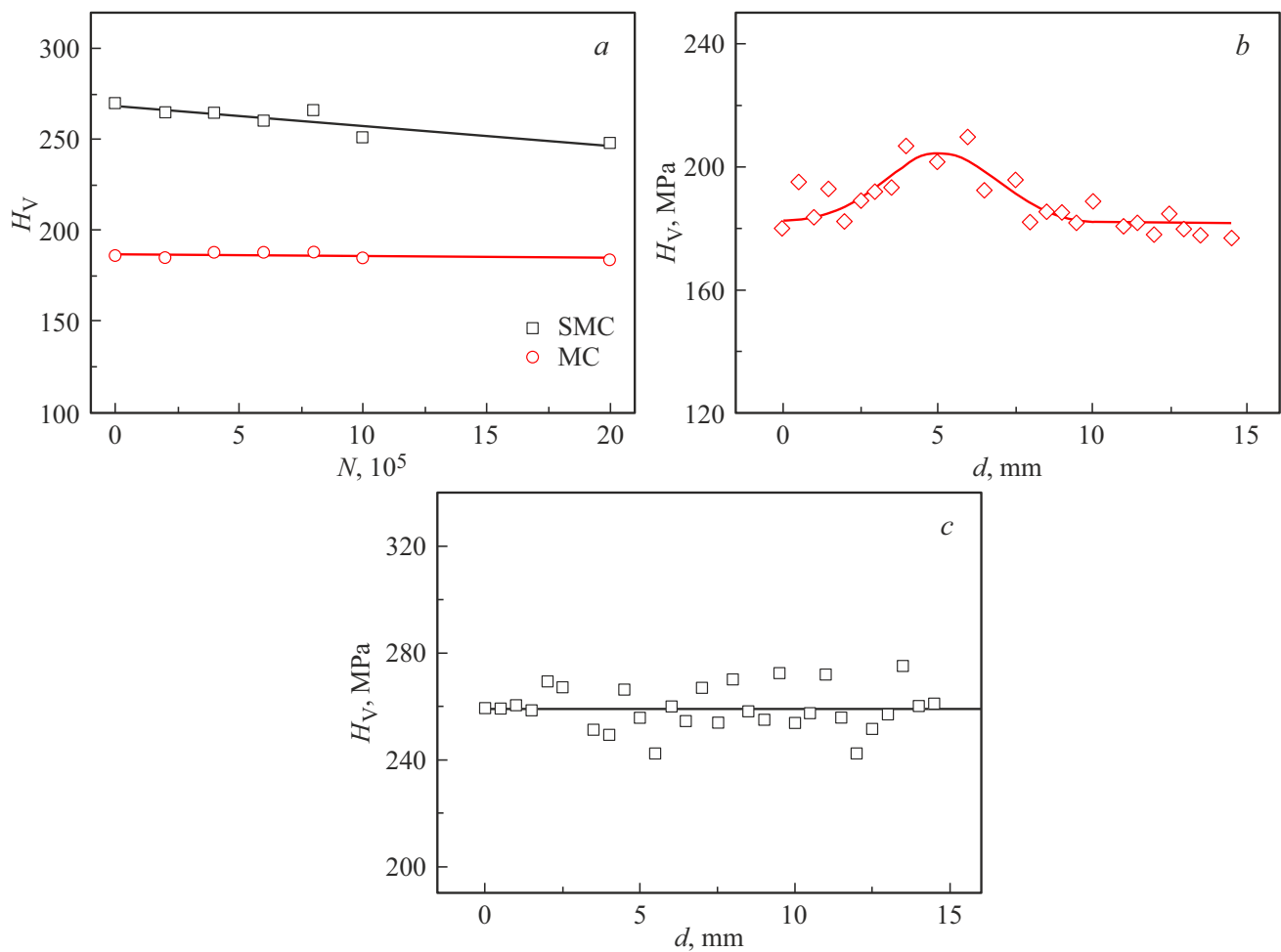


Рис. 3. Микротвердость H_V титана ВТ1-0: а) зависимость микротвердости от числа циклов испытания N для МК- и СМК-состояний; б) микротвердость вдоль рабочей части МК-образца после испытаний $N = 6 \cdot 10^5$; в) микротвердость вдоль рабочей части СМК-образца после испытаний $N = 6 \cdot 10^5$.

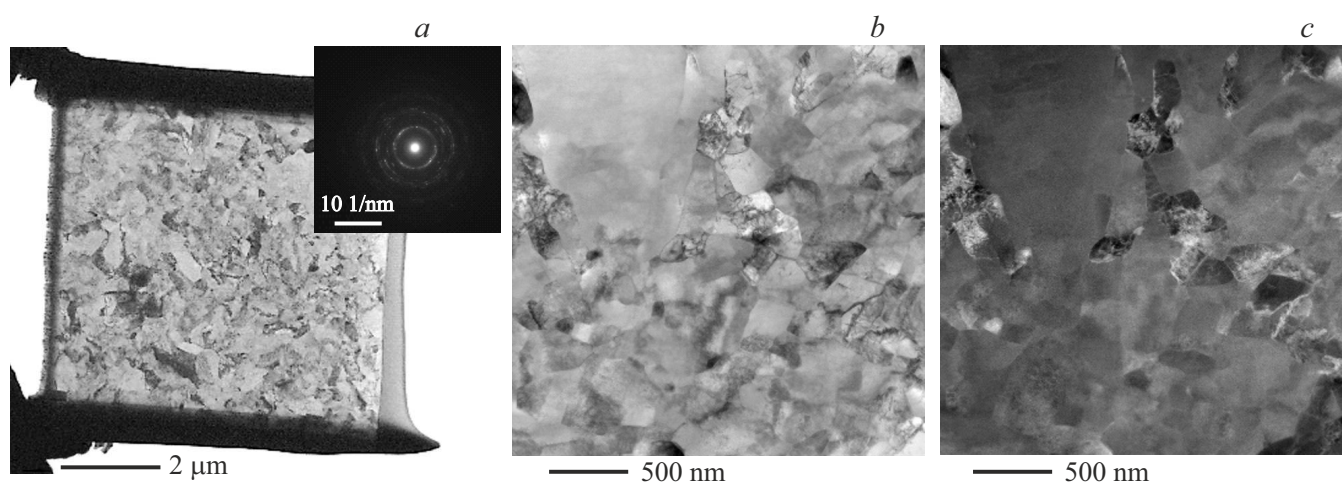


Рис. 4. ПРЭМ-изображения микроstructures SMK BT1-0 после усталостного испытания: *a*) общий вид и микродифракция ($15 \mu\text{m}^2$); *b* и *c*) увеличенные изображения (светлопольное и темнопольное).

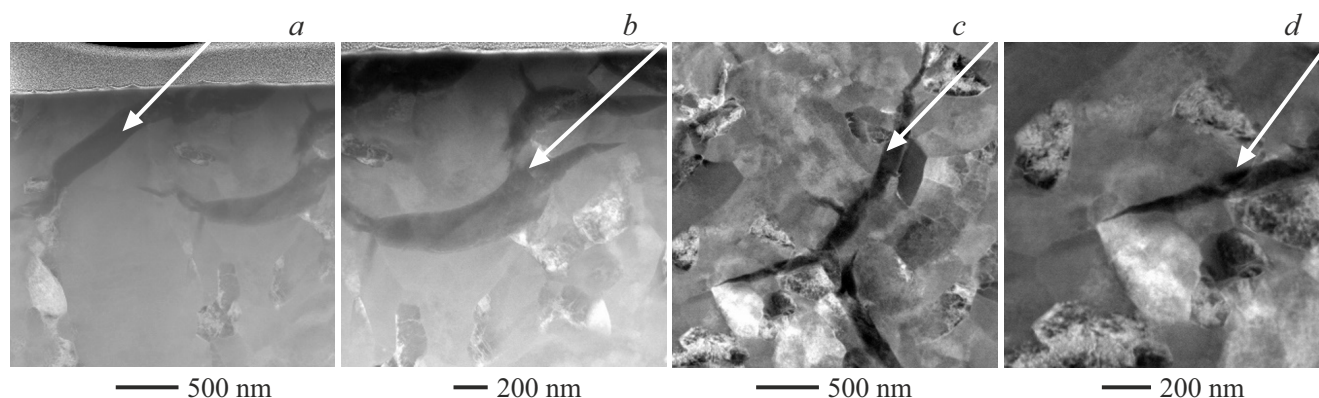


Рис. 5. Темнопольные ПРЭМ-изображения микроstructures SMK-состояния BT1-0 после усталостного испытания при $N = 1 \cdot 10^6$.

исходных микронапряжений. При увеличении числа циклов нагружения микротвердость МК-образцов остается практически неизменной вплоть до разрушения, тогда как для SMK-материала наблюдается монотонное снижение этого параметра примерно на 10% от исходного значения к моменту разрушения.

Важную информацию несут графики распределения микротвердости вдоль рабочей части образцов, измеренной с шагом не менее $250 \mu\text{m}$. На рис. 3, *b* приведены такие данные для МК-образца после $N = 6 \cdot 10^5$ циклов. Видно, что значения микротвердости практически постоянны по всей длине образца, исключение составляет лишь центральная область образца.

Совершенно иная картина наблюдается для SMK-образца после того же числа циклов (рис. 3, *c*). Снижение микротвердости носит равномерный характер по всей длине образца, что свидетельствует об объемном характере накопления повреждений и равномерности структурных изменений по длине рабочей базы образцов с SMK-структурой.

3.2. Исследование разрушенных образцов методами просвечивающей и сканирующей просвечивающей электронной микроскопии

Тонкие образцы для ПЭМ были вырезаны ионным пучком в области максимальных напряжений исследуемого образца после испытаний на усталость (10^6 циклов) в поперечном сечении к поверхности, с глубины $5\text{--}10 \mu\text{m}$ от поверхности. Методами ПРЭМ выявлено, что микроstructure SMK-образца в области максимальных напряжений однородна, преобладают зерна глобулярной морфологии, как и в состоянии до усталостных испытаний (рис. 4).

Можно отметить значительное повышение плотности дислокаций в материале по сравнению с образцом до испытаний. В исследуемом образце после усталостных испытаний также отмечаются полосовые дислокационные структуры (отмечены стрелками на рис. 5) — области локализации деформации (мезаполосы) с неравновесной

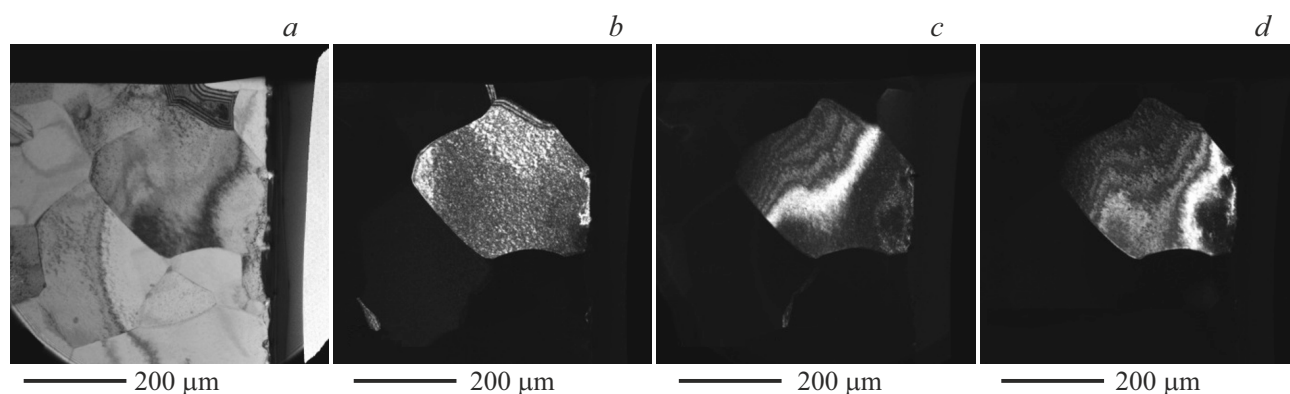


Рис. 6. Микроструктура с дислокационным контрастом в зернах МК ВТ1-0 после усталостных испытаний ($N = 2 \cdot 10^5$) — ПЭМ-изображения: *a*) светлопольное; *b, c и d*) темнопольные в различных рефлексах микродифракции.

структурой. На изображениях имеется отличающийся от матрицы контраст, который связан с повышенной плотностью дефектов. Такие мезаполосы, как известно, могут быть зародышами усталостных трещин. Они наблюдаются как вблизи поверхности образца, ориентированные под углом порядка 45° (рис. 5, *a*) или вдоль оси растяжения (рис. 5, *b*), так и на удалении от нее на $5\text{--}6\text{ }\mu\text{m}$ (рис. 5, *c*). Это протяженные на несколько микрометров области, торцевые границы которых имеют клиновидную форму (рис. 5, *d*). Такие области располагаются на границах наноразмерных зерен или в объеме более крупных зерен. Согласно микродифракциям, полученным с областей с полосовыми структурами, границы между ними и зернами матрицы являются высокоугловыми. Полосовая структура имеет сложное внутреннее строение, состоит из субзерен с малоугловыми границами.

После испытаний в приповерхностной области глубиной порядка $1\text{ }\mu\text{m}$ сформировалась дисперсная зеренно-субзеренная смесь кристаллитов размером порядка $1\text{ }\mu\text{m}$ с преимущественно глобулярной морфологией и высокоугловыми разориентировками между кристаллитами. На глубине более $1\text{ }\mu\text{m}$ наблюдаются кристаллиты пластинчатой морфологии (ламели); разориентации между кристаллитами преимущественно малоугловые. Ламели в своем строении не имеют субграниц, а плотность дислокаций в них достаточно высока.

Для МК-состояния сплава ВТ1-0 (согласно данным ПЭМ) в микроструктуре образца можно отметить повышенную плотность дислокаций, а также наличие микронапряжений. На темнопольных изображениях можно наблюдать изгибные экстинкционные контуры, что говорит о локальной кривизне кристаллической решетки и наличии внутренних напряжений (рис. 6). Высокая плотность дефектов кристаллического строения может свидетельствовать о некоторых изменениях структуры, но судя по четкому контрасту от границ зерен, после рассмотренного циклического воздействия состояние близко к равновесному.

3.3. Исследование микроискажений решетки методами рентгеноструктурного анализа

Исследование уровня микронапряжений после циклических испытаний проводили на СМК- и МК-образцах в центре рабочей части, на некотором удалении от этой области и в области, не испытывавшей деформационного воздействия (рис. 7). Расчет микронапряжений проводили методом Вильямсона–Холла [8,14,17,18]. Проведенные исследования показали, что для СМК-образцов после циклических испытаний общий уровень микронапряжений выше, чем в МК, вне зависимости от расположения области, в которой проводится измерение указанного параметра. Особенностью СМК-материала по сравнению с МК является также то, что характер распределения микронапряжений не является локализованным только в области максимальных внешних приложенных напряжений, но и на некотором удалении от нее наблюдается повышенный уровень микронапряжений. Согласно проведенным расчетам, величина микроискажений решетки после усталостных испытаний для всего образца составляет $\varepsilon = 0.36 \pm 0.02\%$, для исходного состояния $\varepsilon = 0.21 \pm 0.02\%$ (рис. 7).

Для МК-состояния характерно локальное повышение микронапряжений в приповерхностном слое только вблизи геометрического центра образца до $0.22 \pm 0.02\%$. В других исследованных локальных областях образца микронапряжения не отличаются от соответствующих для недеформированного состояния и составляют $0.15 \pm 0.02\%$. Таким образом, в СМК-состоянии остаточные напряжения распределяются более однородно по длине образца.

4. Обсуждение

Проведенные экспериментальные исследования позволяют проанализировать влияние микроструктуры и, в особенности, уровня внутренних микронапряжений на механизм усталостного разрушения технически чистого титана ВТ1-0 в МК- и СМК-состояниях.

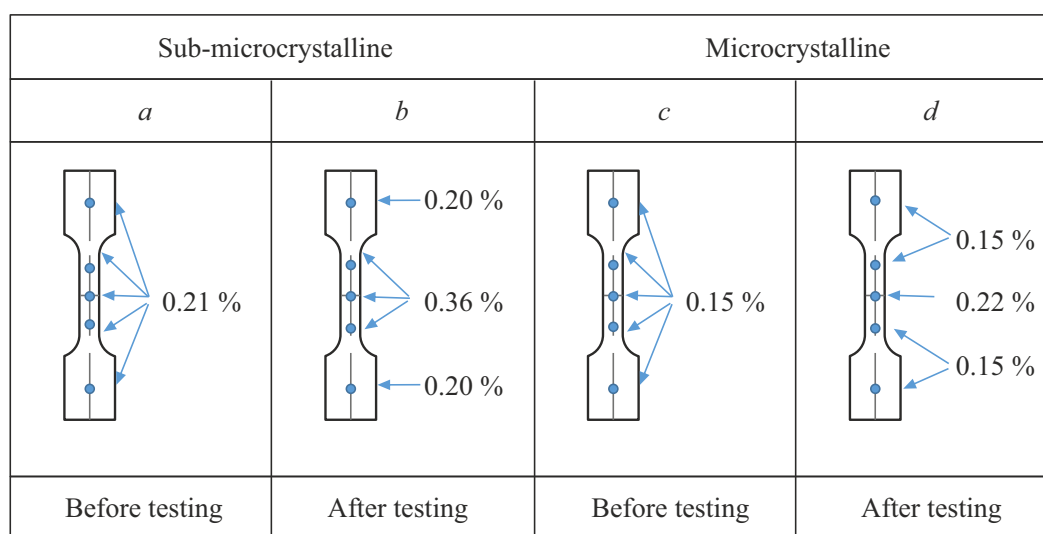


Рис. 7. Распределение остаточных микронапряжений по длине образцов (данные рентгеноструктурного анализа).

Основным фактором, определяющим различие в свойствах, является метод обработки, формирующий разную микроструктуру. СМК-состояние, полученное методом ИПД, характеризуется не только ультрамелким размером зерен (~ 200 nm), но и высоким уровнем внутренних микронапряжений ($\varepsilon = 0.21 \pm 0.02$ %). Эти напряжения являются следствием высокой плотности дефектов кристаллической решетки (дислокаций, границ зерен). Напротив, МК-состояние, полученное последующим отжигом, представляет собой рекристаллизованную структуру с равновесными границами зерен размером $1.5\text{--}2\text{ }\mu\text{m}$ и более низким уровнем микронапряжений. Данные измерения микротвердости (рис. 3, *a*) являются прямым отражением этой разницы: микротвердость СМК-титана примерно на 30 % выше, что закономерно объясняется упрочнением по Холлу—Петчу вследствие малого размера зерна и упрочнением за счет высокой плотности дислокаций. Однако последующий эксперимент по циклическому нагружению выявляет более сложную и неоднозначную роль СМК-структуры.

Для МК-состояния микротвердость остается стабильной вплоть до разрушения (рис. 3, *a*), что указывает на отсутствие значительной структурной перестройки. Напротив, в СМК-материале наблюдается монотонное снижение микротвердости с ростом числа циклов N , причем это снижение равномерно по всей рабочей длине образца (рис. 3, *c*), тогда как в МК-образце распределение микротвердости неоднородно (рис. 3, *b*). Это прямое свидетельство того, что в СМК-титане процессы накопления повреждений носят объемный, а не локализованный характер.

В МК-образцах после испытаний наблюдается лишь повышенная плотность дислокаций и изгибные экстинкционные контуры (рис. 6), что свидетельствует о локальной кривизне решетки, но общая структура остается

близкой к равновесной. В СМК-титане (рис. 4 и 5) фиксируется значительно более глубокая перестройка: формируются протяженные полосовые дислокационные структуры с клиновидными границами, ориентированные под углом $\sim 45^\circ$ к оси нагружения. Аналогичные структурные изменения при совместном действии высокого давления и циклической нагрузки описаны в [9,12,15,17]. Такие полосы, имеющие сложное внутреннее строение из субзерен с малоугловыми границами, рассматриваются как зародыши усталостных трещин. Подобная корреляция между полосами скольжения на поверхности и развитой дислокационной структурой в объеме материала была детально исследована на аустенитной стали [19], где показано, что локализация деформации предшествует образованию микропор. Их образование происходит как на границах наноразмерных зерен, так и внутри более крупных (~ 500 nm). Появление единичных крупных зерен (> 500 nm) в СМК-титане при $N \geq 8 \cdot 10^5$ циклов (рис. 1, *b*) указывает на начало локальной релаксации и коалесценции в СМК-структуре, что согласуется с известными данными о росте зерен в УМЗ-титане при высокоцикловой усталости [1].

После циклического нагружения уровень микронапряжений в СМК-образце возрастает с 0.21 до 0.36 %, тогда как в МК — лишь локально до 0.22 % в зоне максимальных напряжений (рис. 7). Наиболее важным является то, что в СМК-состоянии повышенные микронапряжения регистрируются по всей длине образца, а не только в центральной части. Этот результат согласуется с работой [20], в которой методом рентгеновского уширения линий было показано, что при циклическом изгибе плотность дислокаций в объеме образца (на удалении от поверхности) не убывает с глубиной, а остается постоянной. Авторы связали это с тем, что распространение трещины начинается, когда локальные

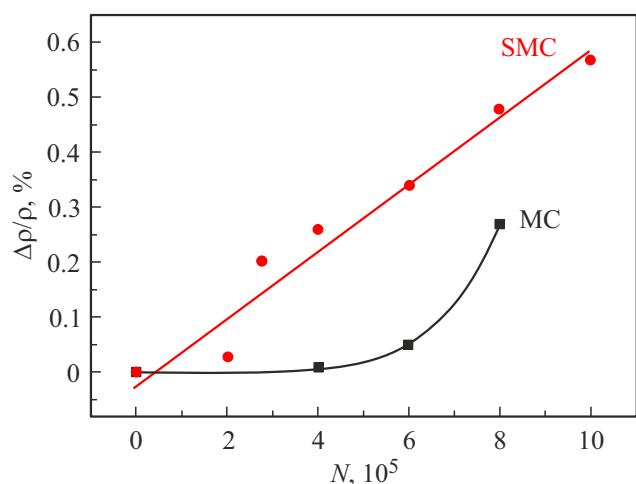


Рис. 8. Зависимость относительного изменения плотности $\Delta\rho/\rho$ от количества циклов N до разрушения при усталостных испытаниях для СМК- и МК-состояний.

напряжения от дислокаций и приложенное внешнее напряжение достигают критического значения. В нашем случае равномерное распределение микронапряжений в СМК-титане является прямым доказательством объемного накопления повреждений, что отличает его поведение от более крупнозернистого аналога.

Дополнительным подтверждением служит зависимость относительного изменения плотности $\Delta\rho/\rho$ от числа циклов N (рис. 8). Для СМК-состояния эта зависимость близка к линейной, для МК — к нелинейной (экспоненциальной). Линейный характер накопления дефектов в СМК характерен для процессов, где повреждения распределены равномерно по объему. Этот вывод сопоставим с недавними результатами [14] на коммерчески чистом титане Grade 4: авторы показали, что плотность дислокаций относительно однородна по сечению образца при низких циклах и возрастает к центру при высоких циклах, причем высокая плотность дислокаций предшествует образованию пор. В нашем случае, СМК-титан с самого начала находится в высокодефектном состоянии, и испытания на циклическую усталость лишь усиливают эту дефектность, приводя к быстрому накоплению повреждений. Влияние структурного состояния и поверхностных слоев на механостабильность титана при циклической усталости проанализировано в работе [21].

В работе [22] на сплаве Ti–6Al–4V в крупнозернистом состоянии (размер зерна $11\ \mu\text{m}$) было обнаружено, что плотность геометрически необходимых дислокаций (GND) не растет монотонно, а снижается при продолжающемся циклическом нагружении. Авторы интерпретируют это как результат самоорганизации дефектов — образования дипольных и мультипольных конфигураций. В настоящей работе в СМК-титане мы наблюдаем обратную картину: плотность дислокаций и микронапряжения растут. Это различие объясняется тем, что в СМК-

структуре из-за высокой доли границ зерен дислокации не могут перестраиваться в низкоэнергетические конфигурации — они „заперты“. Поэтому накопление энергии идет до тех пор, пока не происходит перестройка в виде полосовых структур.

Современные исследования с использованием HR-EBSD [23] на поликристаллической меди показали, что повышенные плотности GND и остаточные напряжения чаще локализуются вблизи границ зерен и тройных стыков. В СМК-титане удельная площадь границ зерен примерно на порядок выше, чем в МК, исходя из среднего размера зерна $\sim 200\ \text{nm}$ против $1.5\text{--}2\ \mu\text{m}$. Следовательно, вклад границ зерен в формирование локальных полей микронапряжений существенно возрастает. Это объясняет, почему деформация в СМК-титане проявляется как более однородный объемный процесс, а не ограничивается отдельными зернами.

На основании полученных данных можно сформулировать предполагаемые причины различного поведения МК- и СМК-состояний, связанное с особенностями их микроструктуры. Механизм разрушения МК-титана является классическим для крупнозернистых материалов с низкой плотностью дефектов. В этом случае пластическая деформация концентрируется в отдельных, наиболее благоприятно ориентированных по отношению к нагрузке крупных зернах. В этих зернах происходит накопление дислокаций и формирование устойчивых полос скольжения, ведущее к локальному росту микронапряжений и последующему образованию микропоры или трещины, которая, достигнув критического размера, распространяется через границу зерна. Более крупный размер зерна облегчает распространение трещины, что приводит к относительно быстрому разрушению после инициации, что находит подтверждение в полученной зависимости на рис. 8. Этот механизм, контролируемый геометрическим фактором — размером и ориентацией отдельных зерен, объясняет более низкий условный предел выносливости МК-титана.

Для СМК-титана рассматриваемый механизм является более сложным. Высокая плотность границ зерен изначально затрудняет движение дислокаций и препятствует локализации деформации, что обуславливает высокую статическую прочность и предел выносливости. Однако высокий исходный уровень внутренних микронапряжений и невозможность их эффективной релаксации в условиях циклического нагружения из-за закрепления дислокаций границами зерен и субзерен приводят к накоплению энергии. При достижении критического значения, по-видимому, реализуется структурная неустойчивость — формирование протяженных полос локализации деформации (мезаполос), которые и становятся предпочтительными путями для роста трещин. Дополнительным фактором являются нанопоры (объемная доля $\sim 4 \cdot 10^{-4}$, согласно [5,6]), которые могут выступать концентраторами напряжений при циклическом нагружении.

5. Заключение

Полученные результаты подчеркивают двойственную роль микронапряжений в субмикро- и ультрамелкозернистых материалах: с одной стороны, они обеспечивают упрочнение, с другой — могут выступать причиной преждевременного усталостного разрушения, что необходимо учитывать при проектировании ответственных конструкций, работающих в условиях циклических нагрузок. Комплексный анализ данных микротвердости, оптической, растровой, ПЭМ и ПРЭМ, а также рентгеноструктурного анализа, выявили следующую взаимосвязь: высокий исходный уровень микронапряжений в СМК-титане в условиях циклического нагружения приводит к объемному накоплению повреждений, снижению микротвердости и формированию полос локализации деформации, которые и являются причиной последующего усталостного разрушения. В МК-титане с его более низким уровнем микронапряжений разрушение носит более классический и локализованный характер. Это объясняет ограничение усталостного ресурса высокопрочного СМК-титана при высокоцикловом нагружении. Для повышения усталостной долговечности СМК-материалов перспективны последующие обработки, направленные на релаксацию микронапряжений и снижение дефектности при сохранении СМК-структуры.

Благодарности

Авторы выражают благодарность и признательность С.А. Божко за помощь в проведении испытаний образцов методом циклического нагружения растяжением.

Финансирование работы

Исследование выполнено в рамках государственного задания FFSG-2024-0018, № 24020700089-3 (в части исследования микроструктуры образцов) и FFUG-2024-0032, № 124031100068-0 (в части исследования дефектной структуры).

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] P. Zhao, B. Chen, J. Kelleher, G. Yuan, B. Guan, X. Zhang, S. Tu. *Acta Materialia* **174**, 29 (2019).
- [2] A. Kopp, J. Werner, N. Kröger, T.E. Weirich, F. D'Elia. *Biomater. Adv.* **157**, 213756 (2024).
- [3] Ю.Р. Колобов. *Российские нанотехнологии* **4**, 11–12, 69 (2009). [Yu.R. Kolobov. *Russ. Nanotechnol.* **4**, 11–12, 883 (2009).]
- [4] E.I. Usmanov, L.R. Rezyapova, R.Z. Valiev. *Phys. Mesomech.* **26**, 5, 483 (2023).
- [5] S. Hosseini, M. Farajollahi, M. Ebrahimi. *J. Mater. Res. Technol.* **28**, 3297 (2024).
- [6] М.В. Нарыкова, В.И. Бетехтин, А.Г. Кадомцев, Ю.Р. Колобов. *ФТТ* **66**, 12, 2317 (2024). [M.V. Narykova, V.I. Betekhtin, A.G. Kadomtsev, Yu.R. Kolobov. *Phys. Solid State* **66**, 12, 2216 (2024).]
- [7] I.P. Semenova, Y.M. Modina, A.G. Stotskiy, A.V. Polyakov, M.V. Pesin. *Metals* **12**, 2, 312 (2022).
- [8] A. Vinogradov. *J. Mater. Sci.* **42**, 5, 1797 (2007).
- [9] Ю.Р. Колобов. *Изв. вузов. Физика* **61**, 4, 11 (2018). [Yu.R. Kolobov. *Russ. Phys. J.* **61**, 4, 611 (2018).]
- [10] Е.А. Ерубаяев, Ю.Р. Колобов, И.Н. Кузьменко, С.С. Манохин, В.И. Бетехтин. *Изв. вузов. Физика* **59**, 12, 107 (2016). [E.A. Erubaev, Yu.R. Kolobov, I.N. Kuz'menko, S.S. Manokhin, V.I. Betekhtin. *Russ. Phys. J.* **59**, 12, 2101 (2016).]
- [11] Ю.Р. Колобов, С.С. Манохин, В.И. Бетехтин, А.Г. Кадомцев, М.В. Нарыкова, Г.В. Одинцова, Г.В. Храмов. *Письма в ЖТФ* **48**, 2, 15 (2022). [Yu.R. Kolobov, S.S. Manokhin, V.I. Betekhtin, A.G. Kadomtsev, M.V. Narykova, G.V. Odintsova, G.V. Khramov. *Tech. Phys. Lett.* **48**, 2, 56 (2022).]
- [12] W. Yu, A. Yin, W. Li, W. Zhu, S. Xing, C. Wang, H. Liu, C. Jiang, V. Ji. *J. Alloys. Compd.* **1048**, 184942 (2025).
- [13] S. Fintová, L. Kunz, Z. Chlup, I. Kuběna, K. Mertová, D. Hradil, M. Duchek. *Int. J. Fatigue* **176**, 107883 (2023).
- [14] N. Miller, N. Pitkin, T.M.T. Oishi, D. Mensah, M. Knezevic, M. Miles, D. Fullwood. *J. Mater. Res. Technol.* **32**, 2513 (2024).
- [15] H. Mughrabi, H.W. Höppel. *Int. J. Fatigue* **32**, 9, 1413 (2010).
- [16] I.P. Semenova, A.V. Polyakov, M.V. Pesin, A.G. Stotskiy, Yu.M. Modina, R.Z. Valiev, T.G. Langdon. *Metals* **12**, 8, 1345 (2022).
- [17] М.В. Нарыкова, С.С. Манохин, В.И. Бетехтин, Ю.Р. Колобов, А.Г. Кадомцев, О.В. Амосова. *ФТТ* **67**, 5, 781 (2025). [M.V. Narykova, S.S. Manokhin, V.I. Betekhtin, Yu.R. Kolobov, G. Kadomtsev, O.V. Amosova. *Phys. Solid State* **67**, 5, 747 (2025).]
- [18] W.H. Hall. *Proc. Phys. Soc. London A* **62**, 359A, 741 (1949).
- [19] A. Weidner, J. Man, W. Skrotzki, J. Polák. *Proceed. 12th Int. Conf. on Fracture (ICF 12)* **5**, 3747. Ottawa (2009).
- [20] I.R. Kramer, C.R. Feng, B. Wu. *Mater. Sci. Eng.* **80**, 1, 37 (1986).
- [21] В.И. Бетехтин, А.Г. Кадомцев, М.В. Нарыкова, О.В. Амосова, Ю.Р. Колобов, V. Sklenicka, J. Dvorak. *ФТТ* **63**, 11, 1901 (2021). [V.I. Betekhtin, A.G. Kadomtsev, M.V. Narykova, O.V. Amosova, Yu.R. Kolobov, V. Sklenicka, J. Dvorak. *Phys. Solid State* **63**, 11, 2154 (2021).]
- [22] P.D. Littlewood, A.J. Wilkinson. *Acta Materialia* **60**, 15, 5516 (2012).
- [23] J. Jiang, T.B. Britton, A.J. Wilkinson. *Acta Materialia* **94**, 193 (2015).

Редактор Е.В. Толстякова