

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации  
НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ТОМСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ  
УНИВЕРСИТЕТ (НИ ТГУ)  
Физический факультет  
Кафедра физики металлов

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ В ГЭК



Руководитель ООП  
д-р физ.-мат. наук, профессор  
О.Н. Чайковская  
« 08 » июня 2020 г.

**ВЫПУСКНАЯ КВАЛИФИКАЦИОННАЯ РАБОТА БАКАЛАВРА**

**ВЛИЯНИЕ ПАРАМЕТРОВ ИМПУЛЬСНОЙ ЭЛЕКТРОННО-ПУЧКОВОЙ ОБРАБОТКИ НА  
МОРФОЛОГИЮ ПОВЕРХНОСТИ И ТВЁРДОСТЬ ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ  
СПЛАВА TiNi**

по основной образовательной программе подготовки бакалавров  
направление подготовки 03.03.02 – Физика

Атовуллаева Асия Анваровна

Руководители ВКР  
гл.н.с. ЛМП и ИФПМ СО РАН  
д-р физ.-мат. наук, профессор  
\_\_\_\_\_ Л.Л. Мейснер  
подпись

« 08 » июня 2020 г.

аспирант ИФПМ СО РАН  
\_\_\_\_\_ Ф.А. Дьяченко  
подпись

« 08 » июня 2020 г.

Автор работы  
Студентка группы № 051611  
\_\_\_\_\_ А.А. Атовуллаева  
подпись

## РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа «ВЛИЯНИЕ ПАРАМЕТРОВ ИМПУЛЬСНОЙ ЭЛЕКТРОННО-ПУЧКОВОЙ ОБРАБОТКИ НА МОРФОЛОГИЮ ПОВЕРХНОСТИ И ТВЁРДОСТЬ ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ СПЛАВА TiNi» состоит из 50 страниц печатного текста, 33 рисунков, 5 таблиц и 45 источников используемой литературы.

Ключевые слова: мартенситные превращения, эффект памяти формы, сверхэластичность, НСЭП-обработка, морфология поверхности, шероховатость, твердость, модуль юнга, характеристика пластичности, степень восстановления отпечатка.

Объектом исследования являются образцы промышленного сплава на основе TiNi марки TN1 размерами 15\*10\*1 мм. Химический состав сплава: Ti(баланс)-55.08 Ni-0.051 C-0.03 O-0.002 N (вес. %).

Цель работы – исследовать влияние параметров низкоэнергетического сильноточного электронного пучка на морфологию поверхности и изменение физико-механических свойств поверхностного слоя никелида титана, включая твёрдость, модуль упругости, упруго-пластические характеристики.

В процессе работы использованы следующие методы: обработка поверхности низкоэнергетическим сильноточным электронным пучком, оптическая металлография, оптическая интерференционная профилометрия, инструментальное индентирование.

Установлено, что закономерности кратерообразования на поверхности определяются особенностями структуры прокатанных образцов TiNi. Увеличение плотности энергии электронного пучка не приводит к увеличению значения параметра средней шероховатости. После НСЭП – обработки в поверхностном слое (толщиной до 500 нм) происходит изменение значений прочностных и упруго-пластических параметров. Однако на глубине более 2 мкм, значения параметров возвращается к значениям, характерным для исходной TiNi-подложки. Можно предположить, что наличие электронно-модифицированных слоев на поверхности образцов из никелида титана, не приведет к подавлению в них эффектов памяти формы и сверхэластичности, в силу локализации модификации физико-механических свойств в тонком субмикронном поверхностном слое.

## ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение .....	4
1 Структура и свойства сплавов на основе TiNi .....	7
1.1 Диаграмма состояния системы Ti-Ni .....	7
1.2 Механизмы мартенситных превращений и кристаллические структуры мартенситных фаз в никелиде титана .....	8
1.3 Классификация неупругих эффектов в сплавах на основе TiNi .....	10
2 Модификация поверхности электронным пучком и методы исследования механических свойств модифицированных поверхностных слоёв .....	14
2.1 Влияние электронно-пучковой обработки на структуру, морфологию поверхности, механические свойства металлических материалов .....	14
2.2 Исследование механических свойств методом инструментального индентирования ..	18
3 Материалы, методы поверхностных обработок и исследований образцов .....	22
3.1 Материалы для исследования, методика приготовления образцов и режимы электронно-пучковой обработки поверхности .....	22
3.2 Методы оптической металлографии и оптической интерференционной профилометрии .....	23
3.3 Метод инструментального индентирования .....	26
4 Результаты экспериментальных исследований .....	30
4.1 Морфология поверхности образцов TiNi сплава до и после облучения .....	30
4.2 Анализ топографических параметров в зависимости от режима электронно-пучковой обработки образцов TiNi сплава .....	34
4.3 Изменение прочностных и упруго-пластических свойств поверхностных слоёв в зависимости от режимов облучения .....	38
4.4 Влияние электронно-пучковой обработки на неупругие свойства TiNi сплава .....	43
Выводы .....	46
Список литературы .....	47

## ПЕРЕЧЕНЬ УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ, СИМВОЛОВ, СОКРАЩЕНИЙ, ТЕРМИНОВ

ЭПФ – эффект памяти формы

СЭ – сверхэластичность

НСЭП – низкоэнергетический сильноточный электронный пучок

МП – мартенситные превращения

ЭП – электронный пучок

СП – светлое поле

ТП – темное поле

ДИК – дифференциальный интерференционный контраст

## ВВЕДЕНИЕ

**Актуальность темы исследования.** Развитию науки и техники способствует создание новых материалов, открытие неизвестных ранее свойств, физических явлений и их закономерностей [1]. По мере углубления изучения металлов и их соединений, открыты интерметаллические соединения, обладающие несвойственной большинству металлов пластичностью [2].

До недавнего времени, пластическая деформация считалась необратимой, так как ее рассматривали как следствие движения точечных дефектов и дислокаций в кристаллической решетке. Однако, у некоторых соединений обнаружены новые свойства, отличные от хорошо известных упругих и пластических. Эти свойства были названы неупругими и легли в основу эффекта памяти формы и сверхэластичности (ЭПФ-СЭ) [1 – 3]. В данном случае деформация осуществляется за счет механизмов термоупругих мартенситных превращений [4].

Истоки открытия неупругих свойств металлических материалов восходят к 1932 году, когда шведский исследователь Арне Оландер впервые наблюдал эти свойства в золото-кадмиевых сплавах [5]. Теоретические представления, описывающие эффект памяти формы, были сформулированы советскими учёными – Г.В. Курдюмовым и Л.Г. Хандросом, которые в 1948 году наблюдали явление термоупругого мартенситного превращения в сплавах на основе Cu-Al-Ni и Cu-Sn [3, 6, 7]. Первые экспериментальные подтверждения ЭПФ получены Л. Чангом и Т. Ридом в 1951 г. в сплаве системы Au-Cd [3].

В 1962 году в военно-морской лаборатории американскими учеными Уильямом Бюлером и Фредериком Вангом экспериментально получен уникальный сплав на основе титана и никеля. Как будет установлено позже, TiNi сплав обладает ярко выраженными ЭПФ-СЭ. Открытый ими сплав получил название – нитинол, образованное из составляющих элементов сплава: никеля (Ni) и титана (Ti); и названия лаборатории (NOL – Naval ordnance laboratory), в которой был разработан сплав [1, 5]. Благодаря тому, что пластически деформированный TiNi сплав при нагреве мог возвращать большое количество неупругой деформации (порядка ~ 6 – 8 %), сегодня сплавы на основе TiNi нашли широкое практическое применение в областях науки, техники и медицины.

Известно, что титан и его сплавы являются наиболее биосовместимыми с тканями человека, они прочны и обладают устойчивостью к коррозии. В связи с этим, на сегодняшний день, наибольшее практическое применение TiNi-сплавы получили в области медицины. Актуальной проблемой, ограничивающей применение никелида титана в медицине, является высокое содержание токсичных атомов никеля (~ 50 ат. %) и возможность попадания его в организм в результате коррозии. Другой весьма серьезный недостаток – деградация ЭПФ-СЭ в

процессе циклов «накопление-возврат» деформации [1, 8]. Одним из факторов, который может повлиять на усталостную долговечность, является наличие частиц вторых или примесных фаз, которые образуются в материале при его производстве и последующей термомеханической обработке [9]. В связи с вышесказанным возникают задачи увеличения коррозионной стойкости и усталостной долговечности изделий из никелида титана, которые можно частично решить путём удаления частиц вторых и примесных фаз в поверхностных слоях материала.

Для решения этих задач используют различные методы, одними из которых являются методы модификации поверхности путем обработки и нанесения покрытий. Известно, что TiNi-сплавы весьма чувствительны к изменению химического состава и температуры. Поэтому, при обработке материала важно подобрать такие параметры энергетического воздействия, чтобы модификация свойств происходила в тонком поверхностном слое, не влияя при этом на механические и функциональные свойства в объеме материала [8].

Одним из способов решения данной проблемы является обработка поверхности сплава низкоэнергетическим сильноточным электронным пучком (НСЭП). В исследованиях [10 – 12] обнаружено, что данная обработка ведет к изменению механических свойств поверхностного слоя, а также к уменьшению шероховатости поверхности вследствие переплава поверхностного слоя, включая частицы вторых и примесных фаз, под воздействием электронного пучка. В связи с этим актуальной является задача выбора оптимального режима НСЭП-обработки, который позволит выгладить и гомогенизировать поверхностный слой без критического влияния на механические и функциональные свойства TiNi сплава.

**Цель данной работы** – исследовать влияние параметров низкоэнергетического сильноточного электронного пучка на морфологию поверхности и изменение физико-механических свойств поверхностного слоя никелида титана, включая твёрдость, модуль упругости, упруго-пластические характеристики.

Для достижения цели были поставлены и решены следующие **задачи**:

- 1) Используя научную литературу ознакомиться со свойствами сплавов на основе TiNi. Подготовить литературный обзор по теме исследования;
- 2) Получить практические навыки металлографической подготовки поверхности образцов сплава TiNi;
- 3) Освоить методы оптической металлографии и оптической интерференционной профилометрии для анализа морфологии поверхности до и после облучения электронным пучком;
- 4) С использованием метода оптической металлографии и оптической интерференционной профилометрии получить экспериментальные данные о морфологии поверхности образцов сплава TiNi в зависимости от режимов облучения;

5) Освоить принципы метода инструментального индентирования, получения и обработки результатов, определения параметров, характеризующих упруго-пластические и прочностные свойства поверхностного слоя материалов, обладающих неупругими эффектами;

б) Провести анализ результатов измерения механических свойств поверхностных слоёв TiNi сплава после НСЭП-обработки, а именно построить зависимости твёрдости ( $H$ ), модуля упругости ( $E$ ), характеристики пластичности ( $\delta$ ) и степени восстановления отпечатка ( $\eta$ ) от максимальной глубины проникновения индентора ( $h$ ).

Работа состоит из введения, четырех разделов и выводов. В *первом разделе* работы представлен литературный обзор, посвящённый изучению структуры и свойств никелида титана. В подразделе 1.1 рассмотрена диаграмма равновесия системы Ti-Ni. В 1.2, 1.3 изложены взгляды на природу ЭПФ-СЭ в сплавах на основе Ti-Ni. Показано, что превращение в никелиде титана подчиняется общим закономерностям и механизмам термоупругих мартенситных превращений.

Во *втором разделе* в подразделе 2.1 рассмотрены процессы переноса вещества и энергии в каскадах атомных соударений при облучении твёрдых тел в процессе электронно-пучковой обработки. В 2.2 представлены основные принципы испытания механических свойств поверхностных слоёв металлических материалов методом инструментального индентирования.

*Третий раздел* включает в себя описание исходных материалов и режимов модификации поверхности исследуемых TiNi-образцов низкоэнергетическим сильноточным электронным пучком. Детально описаны методики экспериментальных исследований.

В *четвертом разделе* работы предоставлены результаты исследования морфологии поверхности и её топографических параметров, а также механических свойств модифицированных поверхностных слоёв сплава на основе TiNi.

В *выводах* приведены основные результаты, полученные в ходе проведённых исследований.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда, проект №18-19-00198 (от 26.04.18г.).

# 1 Структура и свойства сплавов на основе TiNi

## 1.1 Диаграмма состояния системы Ti-Ni

Диаграмма фазовых состояний систем металлических сплавов представляет собой графическое изображение, в котором показаны состояния системы в зависимости от концентрации составляющих компонентов и температуры. На рисунке 1 представлена диаграмма фазовых состояний системы Ti-Ni, которая имеет 3 основных стабильных соединения:  $Ti_2Ni$ ,  $TiNi$ ,  $TiNi_3$  [6, 13].

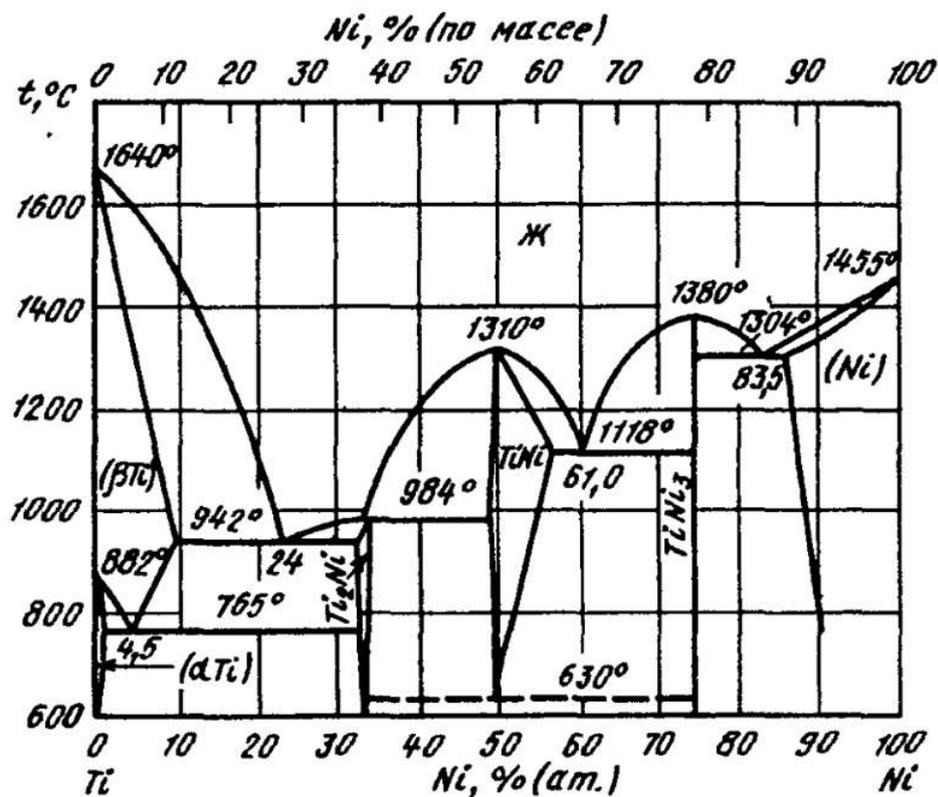


Рисунок 1 – Диаграмма состояния системы Ti-Ni [1, 2, 6, 7, 13].

На данной диаграмме состояния наибольшему значению области гомогенности фазы  $TiNi$  (50 – 57 ат. %), соответствует температура 1100 °С. При нагреве от 1100 °С до 1310 °С и охлаждении ниже 500 – 600 °С система Ti-Ni стремится к стехиометрическому составу  $Ti_{50}Ni_{50}$  ( $TiNi$ ) [1, 6]. Установлено, что в области гомогенности фаза  $TiNi$  является интерметаллическим соединением по типу  $CsCl$ , структура которого в литературе обозначается, как В2-фаза. Структура В2 обладает высокой степенью дальнего порядка ( $\eta = 0,8 - 0,9$ ), сохраняющейся вплоть до температуры плавления [1, 2]. В связи с тем, что вблизи области гомогенности В2-структура  $TiNi$  проявляет неупругие эффекты, обусловленные механизмами термоупругих мартенситных превращений, важно знать концентрационные и температурные области существования других фаз, способных ограничивать неупругие свойства  $TiNi$  сплавов. Параметры и структура кристаллических

решёток фаз системы Ti-Ni и температуры их образования представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Параметры и структура кристаллических фаз системы Ti-Ni

Фаза	TiNi(B2)	Ti <sub>2</sub> Ni	TiNi <sub>3</sub>
Структура	ОЦК	ГЦК	Гексагональная
Параметр решётки	$a = 0,302$ нм	$1/2a = 0,565$ нм $a = 1,1319$ нм	$a = 0,5093$ нм $c = 0,8267$ нм $c/a = 1,625$
T, °C	1310	765	1118

Так увеличение концентрации никеля относительно равновесного состава приводит к образованию: равновесной фазы TiNi<sub>3</sub> и метастабильных Ti<sub>2</sub>Ni<sub>3</sub> и Ti<sub>3</sub>Ni<sub>4</sub>. Для температурного интервала  $680 < T < 750$  °C характерны: фаза TiNi<sub>3</sub> с гексагональной структурой типа (DO<sub>24</sub>), параметрами решетки:  $a = 0,5093$  нм,  $c = 1,625$  нм и фаза Ti<sub>2</sub>Ni<sub>3</sub> с тетрагональной решеткой с параметрами:  $a = 0,4403$  нм,  $c = 1,3525$  нм. При температурах  $T < 680$  °C происходит выделение фазы Ti<sub>3</sub>Ni<sub>4</sub>, имеющей сложную ромбоэдрическую решетку с параметрами:  $a = 0,672$  нм,  $\alpha = 113,9$  [6, 7, 14].

По другую сторону области гомогенности, при увеличении концентрации титана, распад B2-структуры TiNi при температурах от 950 °C приводит к образованию фазы Ti<sub>2</sub>Ni, которая имеет ГЦК-решетку типа Fe<sub>4</sub>W<sub>2</sub>C (Fd3m) с параметром  $a = 1,1278$  нм (таблица 1). Установлено, что соединение Ti<sub>2</sub>Ni хорошо растворяет в себе газы примеси внедрения: водород, углерод, азот и кислород, что приводит к образованию соединений типа Ti<sub>4</sub>Ni<sub>2</sub>O<sub>x</sub> и TiC, которые влияют на механические свойства сплава. Экспериментально подтверждено, что появление на поверхности таких частиц приводит к снижению пластичности и охрупчиванию сплавов [1, 7, 15].

## 1.2 Механизмы мартенситных превращений и кристаллические структуры мартенситных фаз в никелиде титана

Мартенситные превращения (МП) – вид фазовых превращений в твердом теле, при котором происходит перестройка решетки за счёт смещения атомов друг относительно друга на расстояния, не превышающие межатомные [6]. Долгое время считалось, что мартенситные превращения свойственны только сталям. Однако в настоящее время помимо сталей МП обнаружены и во многих других материалах: Fe, Co, Ti, U, Li, Na, Zr, Ce, Tl, и в сплавах на их

основе, а также в некоторых органических и неорганических соединениях [6, 16].

Одной из главных характеристик МП является появление рельефа на поверхности материала. Изменение морфологии поверхности обусловлено движением межфазных границ при изменении температуры. Так, при понижении температуры происходит прямое мартенситное превращение, при повышении – обратное мартенситное превращение. В результате чего, при прохождении полного цикла, образец возвращается в исходное состояние, рельеф сглаживается. Превращение происходит за счет роста мартенситных кристаллов до тех пор, пока не произойдет разрыв когерентности межфазной границы и релаксация внутренних напряжений, возникших в результате сдвига [6]. Это приводит к изменению линейных размеров образца, в связи с этим, МП можно считать деформационным процессом. Еще одна причина рассматривать МП как процесс деформации – это наличие различных дефектов в кристаллах мартенсита. Это могут быть: дислокации, линии скольжения, двойники, вакансии и др. [15, 16].

Необходимым фактором для начала мартенситного превращения является наличие некоторой движущей силы. Этой движущей силой является термодинамический стимул превращения, физический смысл которого соответствует разности между свободными энергиями исходной и мартенситной фаз:

$$\Delta F^{A \rightarrow M} = (F^A - F^B), \quad (1)$$

где  $\Delta F_{A \rightarrow M}$  – термодинамический стимул превращения,  $F_A$  и  $F_M$  – свободные энергии исходной и мартенситной фаз, соответственно.

Протекание процесса фазового перехода мартенситного типа описывается с помощью уравнения термоупругого равновесия:

$$\Delta F^{A \rightarrow M} = F^{A \rightarrow M}_{\text{хим}} + F^{A \rightarrow M}_{\text{упр}} + F^{A \rightarrow M}_{\text{пов}} = 0, \quad (2)$$

где  $F^{A \rightarrow M}_{\text{хим}}$  – химическая составляющая изменения свободной энергии;  $F^{A \rightarrow M}_{\text{упр}}$  и  $F^{A \rightarrow M}_{\text{пов}}$  – соответственно, упругий и поверхностный вклады в изменение нехимической составляющей свободной энергии [6].

Различают два типа кинетики мартенситных превращений. В первом случае, количество мартенсита увеличивается с понижением температуры. При этом, если остановить охлаждение, то и процесс образования мартенситной фазы прекратится, и для возобновления процесса превращения необходимо продолжить охлаждение. Увеличение количества мартенситной фазы происходит за счет образования новых кристаллов в исходной фазе. Такое превращение называют атермическим. Оно свойственно превращениям в сталях и их сплавах, носит «взрывной» характер, нередко сопровождается щелчками, вызванными освобождением

упругой энергии. Другой тип кинетики, принципиально отличный от атермического: превращение происходит при постоянной температуре, от которой зависит его скорость [7].

Термоупругие мартенситные превращения в сплавах системы Ti-Ni происходят в интервале температур  $-150 < T < +200$  °С. Основные факторы, оказывающие влияние на МП: состав сплава, предварительная подготовка, внешние условия. Так, МП в В2-сплавах характеризуются переходами трех типов: В2→В19', В2→В19, В2→R [15]. Ниже приведена таблица 2 с параметрами кристаллических структур мартенситных фаз в никелиде титана.

Таблица 2 – Параметры кристаллических структур в никелиде титана

<b>В2</b>	<b>R</b>	<b>В19</b>	<b>В19'</b>
ОЦК	Ромбоэдрическая/ Гексагональная	Орторомбическая	Орторомбическая структура В19' с дополнительным моноклинным искажением
$a = 0,302$ нм	$a = b = c = 0,903$ нм $\alpha = 89,3^\circ$  $a = 0,734$ нм $c = 0,528$ нм	$a = 0,28$ нм $b = 0,44$ нм $c = 0,46$ нм	$a = 0,286$ нм $b = 0,412$ нм $c = 0,462$ нм $\beta = 96,8^\circ$

В сплавах, обогащенных титаном, мартенситные превращения при понижении температуры осуществляются по следующей схеме В2 → В2 + В19' → В19', а при нагреве проходят те же переходы, но в обратном порядке. В сплавах равновесного состава при охлаждении наблюдаются последовательные мартенситные переходы В2 → R → R + В19' → В19', а при нагреве В19' → В19' + В2 → В2. Такое различие между прямым и обратным превращениями обусловлено гистерезисом перехода В19' → В2, который перекрывает область существования R фазы [6, 17]. В сплавах, обогащенных никелем, происходит стабилизация В2 фазы, в связи с чем начало перехода R → В19' смещается в область более низких температур (ниже -196 °С). Схема прямого мартенситного превращения в таких сплавах выглядит следующим образом: В2 → R → R + В19' → В19' [17].

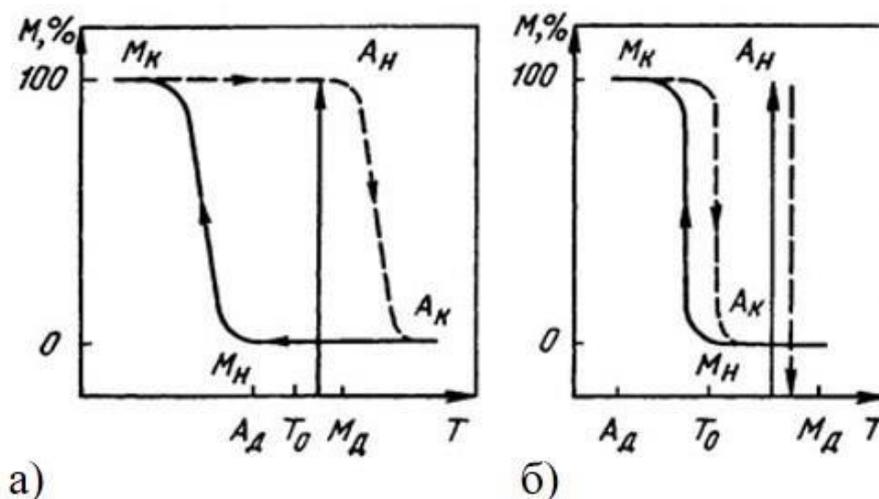
### 1.3 Классификация неупругих эффектов в сплавах на основе TiNi

При *упругой* деформации материала под действием внешней нагрузки атомы смещаются на расстояния, составляющие не более 0,1 % межатомного расстояния. В результате этого в твёрдом теле возникают внутренние напряжения, за счет которых

происходит восстановление упругой деформации [18]. Если на материал воздействовать большими усилиями, то может произойти сдвиг плоскостей скольжения друг относительно друга. В таком случае, деформация будет называться *пластической*, если смещение происходит на расстояние, кратное межатомному расстоянию, и в твёрдом теле нет физического потенциала для восстановления первоначальной формы. Однако, помимо пластической и упругой деформации, существует так называемая «неупругая» деформация. Причиной возникновения *неупругой* деформации является изменение кристаллической структуры при фазовом переходе, который обусловлен механизмами термоупругих мартенситных превращений [18, 19].

Термоупругое мартенситное превращение происходит в результате макроскопической псевдосдвиговой деформации кристаллов исходной фазы. В обычных металлах под воздействием напряжения происходит превращение структуры по типу скольжения или двойникования. Но при мартенситных превращениях реализуется еще и обратный процесс, приводящий к восстановлению начальной формы [16].

Для описания неупругих эффектов вводятся следующие характеристики:  $M_H$  и  $M_K$  – температуры начала и конца образования мартенситной фазы,  $A_H$  и  $A_K$  – температуры начала и конца превращения из мартенсита в аустенит [20] (рисунок 2). Помимо температур, описывающих начало и конец прямого или обратного мартенситного превращения, для описания неупругих эффектов вводят еще три характеристические температуры:  $T_0$  – температура термодинамического равновесия;  $M_D$  – температура, ниже которой возможно возникновение мартенсита под воздействием механической нагрузки,  $A_D$  – температура, выше которой возможно возникновение аустенита под воздействием механической нагрузки [18].



а – широкий гистерезис, б – узкий гистерезис

Рисунок 2 – Зависимости роста объемной доли мартенситной фазы от температуры.

Так, если снятие нагрузки происходит при высоких температурах ( $T > A_k$ ), в случае узкого гистерезиса, если температура  $M_d$  окажется выше  $A_k$  (рисунок 2 б), то мартенсит образованный под воздействием механического напряжения не будет устойчив, и после снятия нагрузки, возвратит приобретённую деформацию. Данное физическое явление называется *эффектом сверхэластичности* (СЭ) [18, 20]. Схематически эффект СЭ представлен на рисунке 3.

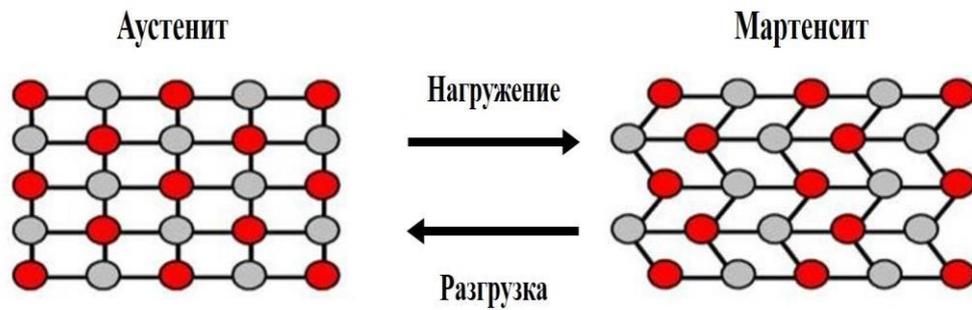


Рисунок 3 – Иллюстрация эффекта сверхэластичности в никелиде титана при его деформации.

Под *эффектом памяти формы* подразумевают однократное восстановление формы после деформации при повышении температуры. При широком гистерезисе (рисунок 2, а), температура  $M_d$  ниже температуры  $A_k$ . После снятия нагрузки неупругая деформация сохраняется и восстанавливается только вследствие нагрева до температуры  $T > A_k$ . Схематически ЭПФ представлен на рисунке 4.

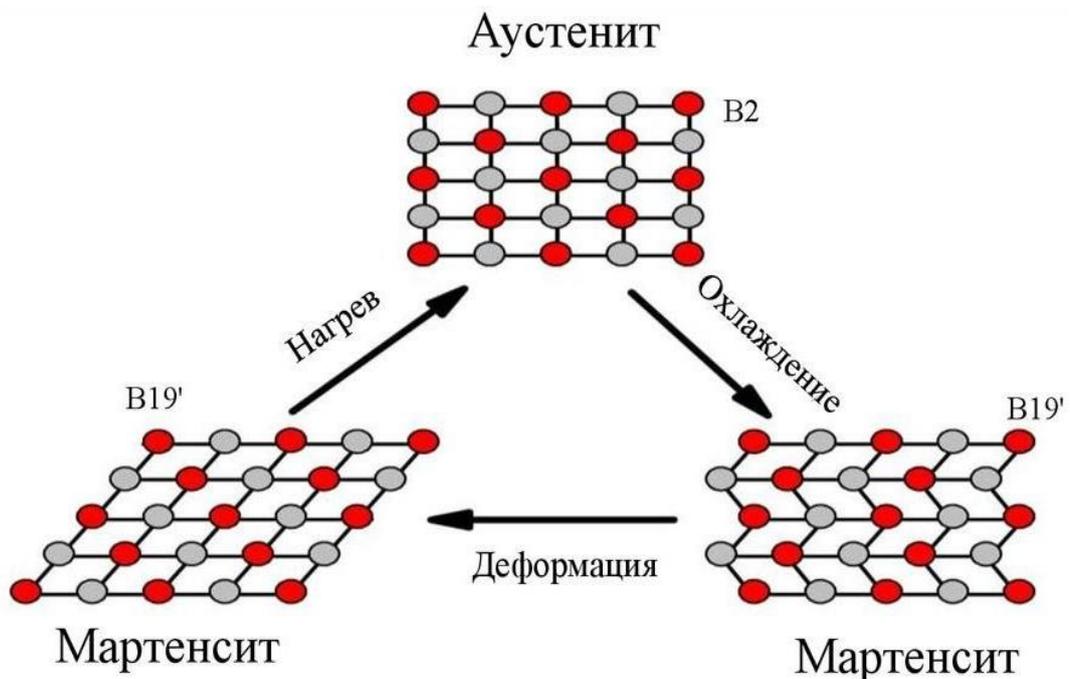


Рисунок 4 – Иллюстрация эффекта памяти формы в никелиде титана.

Таким образом, можно сказать, что неупругие ЭПФ-СЭ имеют одинаковую природу и различны лишь в механизмах активации обратного мартенситного превращения.

В сплавах на основе никелида титана мартенситные превращения характеризуются переходами трех типов:  $B2 \rightarrow B19'$ ,  $B2 \rightarrow R$ ,  $B2 \rightarrow R + B19' \rightarrow B19'$  [15]. Установлено, что каждый тип перехода характеризуется различными неупругими свойствами; при одновременной или последовательной реализации двух и более МП отмечено наилучшее проявление этих свойств [1].

Рассмотрим проявление неупругих эффектов в TiNi сплавах. В сплавах, обогащенных титаном, мартенситные превращения протекают по схеме:  $B2 \rightarrow B2 + B19' \rightarrow B19'$ , так эффект сверхэластичности реализуется следующим образом [6]. При деформации сплава до 6 % в области двухфазности запускается процесс роста фазы  $B19'$  за счет фазы  $B2$ . После снятия нагрузки происходит частичное восстановление деформации за счет релаксации  $B19'$  в  $B2$ . Увеличение деформации до 10 % приводит к тому, что фаза  $B2$  полностью переходит в  $B19'$ ; накопление деформации происходит за счет роста кристаллов мартенсита в направлении приложенной нагрузки. При повышении температуры, мартенситная фаза  $B19'$  становится неустойчивой, происходит восстановление деформации за счет ЭПФ вследствие перехода мартенситной фазы в аустенитную  $B2$  фазу [14, 17].

## 2 Модификация поверхности электронным пучком и методы исследования механических свойств модифицированных поверхностных слоёв

### 2.1 Влияние электронно-пучковой обработки на структуру, морфологию поверхности, механические свойства металлических материалов

В настоящее время развитие вакуумной и электронной техники способствовало распространению применения электронных пучков в различных областях материаловедения. *Электронный пучок* (ЭП) – это сфокусированный, ускоренный поток электронов. В зависимости от параметров, ЭП применим для решения широкого спектра прикладных задач: электронно-лучевая сварка, плавление, изготовление отверстий, а также стерилизация поверхностей [21].

Немаловажным направлением является изучение фундаментальных механизмов влияния ЭП-обработки на структуру и свойства поверхностных слоёв металлических материалов. При столкновении ускоренных электронов с атомами облучаемого вещества различают следующие виды взаимодействия: упругое и неупругое. Упругое взаимодействие наблюдается, когда электрон с большой энергией налетает на ядро атома. Направление вектора скорости электрона изменяется, происходит упругое рассеяние, в результате чего, электрон покидает образец с энергией, меньшей, чем до взаимодействия. Такие электроны называются упруго-отраженными. Установлено, что энергия упругого рассеяния незначительна по сравнению с энергией ЭП, что позволяет пренебречь этим типом взаимодействия [21, 22].

При неупругом взаимодействии ускоренные электроны взаимодействуют с атомами и электронами образца, в следствии чего претерпевают значительные энергетические потери. Неупругие взаимодействия приводят к возникновению (рисунок 5):

- вторичных электронов;
- рентгеновского излучения;
- Оже-электронов;
- колебаний решетки;
- электронно-дырочных пар;
- катодолюминесценции.

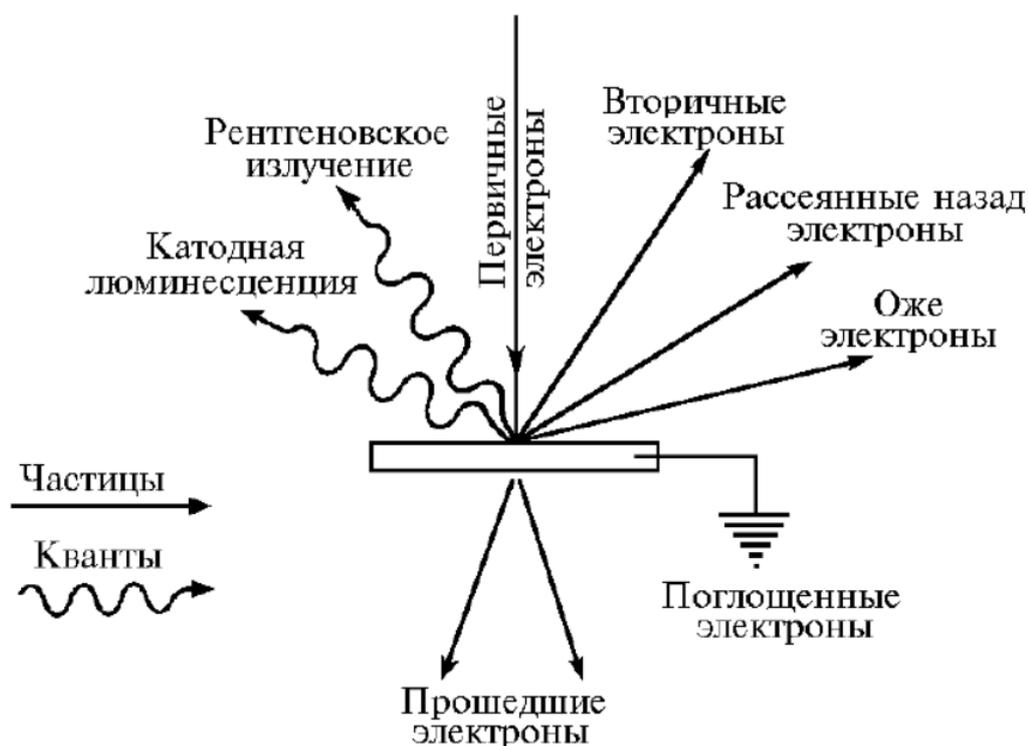


Рисунок 5 – Основные процессы, происходящие при взаимодействии электронного пучка с мишенью [21, 22].

В настоящее время импульсный низкоэнергетический (10 – 30 кэВ) сильноточный (10 – 25 кА) электронный пучок (НСЭП) используют для модификации поверхности и улучшения поверхностных механических свойств металлических материалов [23]. В результате НСЭП-облучения основная часть воздействия локализуется в поверхностных слоях, при этом, практически не влияя на объём материала. Под воздействием пучка, в зависимости от режима, может происходить: нагрев, плавление и испарение материала. В экспериментальных расчетах [23] установлено, что при использовании кратковременного (1 – 5 мкс) импульсного НСЭП толщина слоя, в котором концентрируется энергия пучка, может составлять от  $\sim 1$  мкм до  $\sim 10$  мкм. При последующем сверхбыстром охлаждении ( $\sim 10^9$  К/с) в поверхностном объеме формируются многоуровневые иерархические структуры, самоорганизованные на различных (нано-, субмикро- и микро-) масштабных уровнях. При импульсном ЭП режиме воздействия основным фактором, влияющим на модификацию поверхности можно назвать быстрый нагрев (и охлаждение), который приводит к фазовым переходам и изменениям структуры.

Стоит отметить, что важной особенностью импульсной НСЭП-обработки поверхности металлических материалов является изменение структуры поверхностных слоёв. Так, в работе [24] показано, что под воздействием НСЭП в режиме поверхностного плавления происходит образование слоевой структуры

(рисунок 6). Слои имеют различную структуру, фазовый состав и протяженность в глубину.

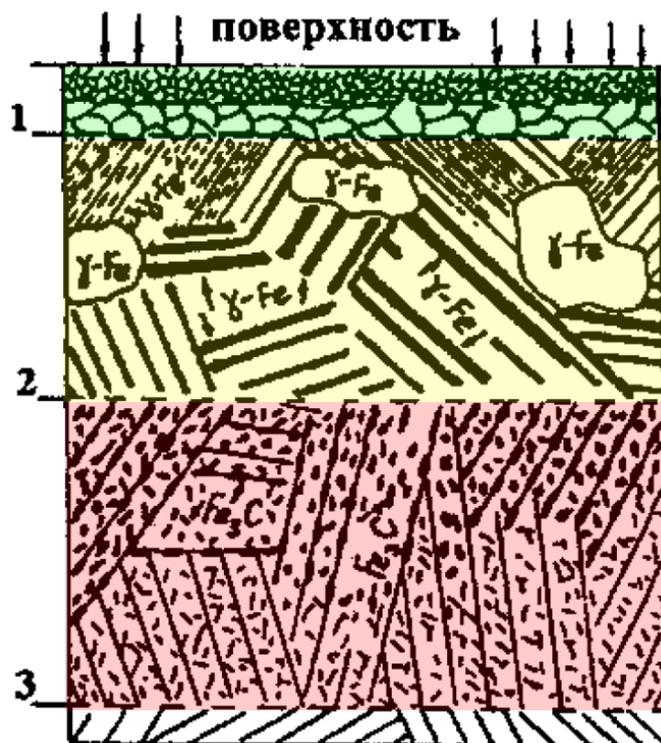
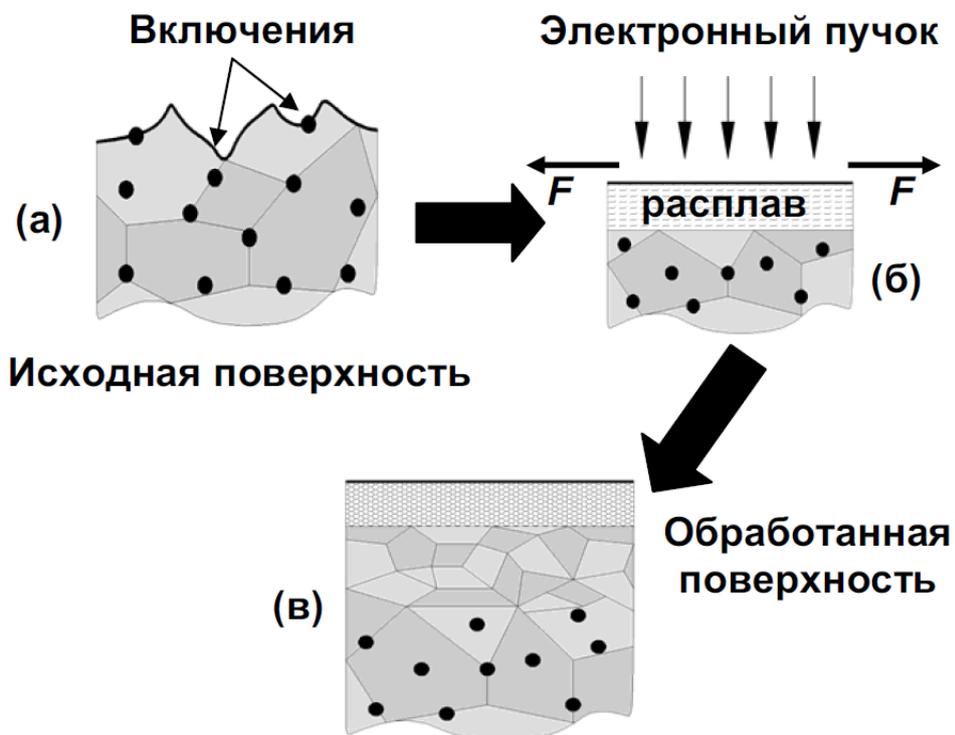


Рисунок 6 – Схематическое изображение структуры модифицированного слоя в стали Ст. 45 после модификации НСЭП [24].

Так, в работе [24] было установлено, что первый слой состоит из двух слоёв. В первом слое наблюдаются кристаллы мартенсита и аустенита, во втором – только кристаллы мартенсита более крупных размеров. Второй слой состоит из двухфазной структуры, с игольчатой морфологией зёрен. Третий слой характеризуется наличием карбидных выделений. В объеме материала наблюдается зона неравномерного упрочнения, обусловленного остаточным напряжением и увеличением плотности дислокаций. В частности, в [25] установлено, что в результате НСЭП-обработки в образцах TiNi сплава при числе импульсов воздействия  $n = 32$  формируется столбчатая структура, которая влияет на механические свойства поверхностных слоёв материала подложки.

Также немаловажно учитывать изменение морфологии поверхности и её топографических параметров, так как под воздействием электронного пучка, происходит её расплав. В жидком состоянии в расплаве действуют силы поверхностного натяжения, за счет которой происходит выглаживание поверхности (рисунок 7). Однако, учитывая наличие в приповерхностных слоях материала

частиц вторых или примесных фаз, на облучаемой поверхности может сформироваться кратерообразный рельеф [21, 22, 26].



а – до, б – в процессе, в – после обработки электронным пучком

Рисунок 7 – Схематическое представление состояния поверхностного слоя [22].

Важно подчеркнуть, что при НСЭП–обработке материала происходит гомогенизация поверхности [22]. Данный процесс очень полезен, т.к. даже в однофазных материалах существует незначительное количество примесных и вторых фаз, которые образуются в результате производства материала. Очистка поверхности от нежелательных включений основывается на том, что теплопроводность материала зачастую оказывается выше теплопроводности этих включений. Происходит гомогенизация поверхности за счет испарения частиц с поверхности или растворения в расплаве основного материала.

Учитывая текущие результаты ЭП-обработки поверхности металлических материалов [27 – 29], а также обобщая вышесказанное, можно установить, что НСЭП-обработка поверхности металлических материалов приводит к снижению шероховатости поверхности за счёт её выглаживания и удаления частиц вторых и/или примесных фаз. Образование новых структурно-фазовых состояний в приповерхностных слоях изменяет механические свойства, что в свою очередь в значительной степени влияет на предел выносливости при динамическом нагружении материала.

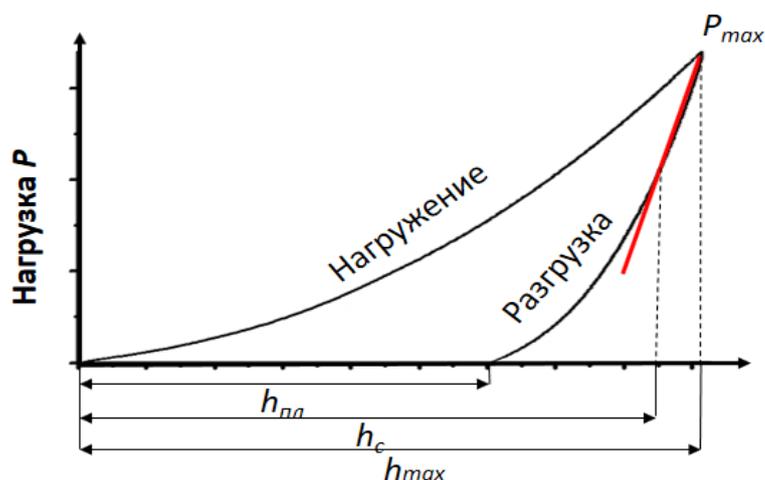
## 2.2 Исследование механических свойств методом инструментального индентирования

Твердость является одной из важнейших характеристик материалов конструкционного и функционального назначения. В отличие от других механических испытаний, определение твёрдости методами микроиндентирования не сопровождается макроскопическим разрушением образца [30]. Для измерения параметра микротвёрдости материала производится вдавливание индентора определенной формы в образец. После извлечения индентора, для получения числа твёрдости измеряют диагональ полученного отпечатка.

Однако этот метод ограничивается масштабами (как по режимам нагружения, так и глубиной внедрения индентора) и в настоящее время невозможно оценить механические свойства модифицированных поверхностных слоёв, толщина которых может составлять порядка нескольких нанометров. Метод инструментального наноиндентирования, основанный на непрерывной регистрации изменения глубины в зависимости от прикладываемой нагрузки позволяет интегрально оценить механические свойства многослойных материалов. Именно непрерывная регистрация позволила проводить измерения при субмикронных и нанометровых глубинах внедрения индентора [31]. Основными элементами приборов, используемых для наноиндентирования, являются микронагружающее устройство и датчик, позволяющий фиксировать локальные деформации под индентором. Рабочий режим наноинденторов осуществляется внедрением алмазного наконечника определенной формы под воздействием заданной силы  $P$  и одновременной регистрацией глубины проникновения индентора  $h$  в материал [32].

На сегодняшний день совокупность методов механических испытаний, позволяющих определять важнейшие параметры, характеризующие свойства материала, такие как: твердость  $H$ , модуль Юнга  $E$ , предел текучести, внутренние напряжения в приповерхностных слоях, пластичность материала  $\delta$ , степень восстановления отпечатка  $\eta$  и др. получили название инструментальное индентирование (ИИ) [32].

Основы метода инструментального индентирования заложены в 60-х годах прошлого столетия советскими учеными С.И. Булычевым и В.П. Алехиным. Однако, широкое распространение метод получил после публикации работы [33] американских ученых У. Оливера и Дж. Фарра, в которой приводится обоснованный расчёт параметров, характеризующих механические свойства. Полученные в результате индентирования  $P$ - $h$  диаграммы состоят из двух ветвей (рисунок 8) [30 – 32].



### Глубина проникновения индентора $h$

$h_{пл}$  – пластическая деформация

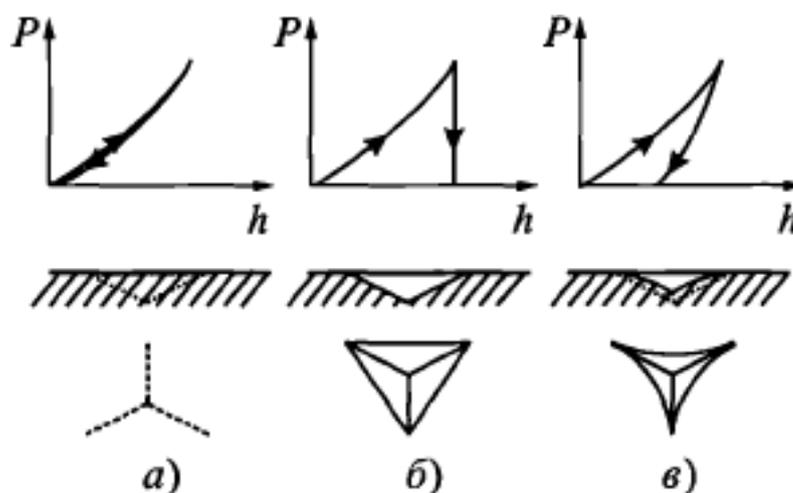
$h_c$  – истинная глубина отпечатка

$h_{max}$  – максимальная глубина  
проникновения индентора

Рисунок 8 – Пример  $P-h$  диаграммы «нагружения-разгрузки», характеризующей ход проникновения наконечника индентора в поверхность испытуемого материала [32].

При регистрации изменения глубины и увеличении нагрузки на индентор, установка выполняет построение нагрузочной кривой, которая характеризует сопротивление материала внедрению индентора. С помощью этой ветви рассчитывается твёрдость материала [33]. Вторая ветвь называется разгрузочной и характеризует работу материала по восстановлению отпечатка. Так как разгрузочная кривая описывает упругий процесс, то с ее помощью вычисляется модуль упругости [33]. Для расчёта этих величин необходимо знать площадь проекции отпечатка, которая определяется по глубине отпечатка, при максимальной нагрузке на индентор [31, 33].

Однако, стоит учитывать, что при погружении индентора на начальном этапе вся деформация является упругой (рисунок 9 а). В идеально пластическом материале вся деформация необратима (рисунок 9 б). В реальных телах деформация является упругопластической и при разгрузке происходит частичное восстановление формы (рисунок 9 в). В связи с этим, реальная глубина отпечатка не всегда соответствует определяемой глубине. Это связано с тем, что при нагрузке материала на поверхности образца, по контуру отпечатка могут возникать упругий прогиб или «навалы» (рисунок 10). Метод Оливера-Фарра позволяет оценить истинную глубину за счёт корректного вычета упругого прогиба краёв отпечатка.



а – идеально упругий, б – идеально пластичный, в – упругопластический материалы

Рисунок 9 – Механическое поведение различных материалов [32].



а – упругий прогиб, б – навал вокруг отпечатка

Рисунок 10 – Форма отпечатка после извлечения индентора [32].

В связи с широким распространением применения метода инструментального наноиндентирования для разных групп материалов, для того чтобы охарактеризовать их механические свойства, на сегодняшний день созданы дополнительные методики анализа диаграмм нагружения-разгрузки.

Так в работах [34 – 36] предложен способ расчёта параметра  $\delta$ , позволяющего оценить один из основных видов деформации твёрдого тела – пластичность. По определению, пластичность – свойство твёрдых тел необратимо изменять форму под действием нагрузки. На практике, зачастую, пластичность характеризуется удлинением образца до разрушения при испытании на растяжение. Однако, такое определение создает известные трудности в оценке пластичности хрупких материалов (в частности, керамик, аморфных материалов). В связи с этим в работе [34] введен параметр  $\delta$ , характеризующий пластичность, как долю пластической деформации в общей упругопластической.

В работах [37 – 39] для анализа неупругих свойств образцов из сплава на основе TiNi

представлены способы оценки ЭПФ-СЭ. Так, первоначально по полученным отпечаткам исследовали профиль поверхности. Затем образец нагревали выше температуры  $A_k$ . После чего снова измеряли профиль поверхности. Тем самым, определяя разницу глубины невосстановленного и восстановленного, за счёт ЭПФ, отпечатка, авторы определяли коэффициент формовосстановления поверхностного слоя. На сегодняшний день эта методика расширена. В работах [37, 38] предложен способ оценки СЭ по диаграммам нагружения разгрузки, путём расчёта параметра  $\eta$ .

### 3 Материалы, методы поверхностных обработок и исследований образцов

#### 3.1 Материалы для исследования, методика приготовления образцов и режимы электронно-пучковой обработки поверхности

В данной работе исследовали образцы размерами 15\*10\*1 мм, которые были вырезаны методом лазерной резки из горячекатаного листового проката, изготовленного из промышленного сплава на основе TiNi марки ТН1 (ООО «Промышленный центр МАТЕК-СПФ», Россия). Сплав выплавлен методом вакуумной индукционной плавки в печи с графитовым тиглем. Химический состав сплава: Ti(баланс)-55.08 Ni-0.051 C-0.03 O-0.002 N (вес. %).

Исходные поверхности всех TiNi образцов перед облучением электронным пучком подготовлены следующим образом:

- 1) снятие шлака после лазерной резки на алмазном диске;
- 2) пошаговая механическая шлифовка/полировка до «зеркального блеска» на шлифовально-полировальном станке *Saphir 550 (ATM GMBH, Германия)* с постепенным уменьшением зернистости абразива (*P120, P320, P600, P1200*); для получения максимально зеркальной поверхности образцы шлифовались вручную (*P1200*);
- 3) электролитическая полировка в растворе уксусной ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) и хлорной ( $\text{HClO}_4$ ) кислот в соотношении 3:1, с охлаждением раствора в водно-ледяной смеси;
- 4) промывка в ультразвуковой ванне с дистиллированной водой ( $t = 15$  мин).

Модификация поверхности образцов TiNi сплава проводилась на автоматизированной электронно-пучковой установке «РИТМ-СП» (ООО «Микросплав, Россия» [40]. Обработка поверхности проведена импульсным низкоэнергетическим сильноточным пучком микросекундной длительности при следующих параметрах:

- величина плотности энергии  $E_s$  электронного пучка изменялась и составляла: 1,1 Дж/см<sup>2</sup>, 1,7 Дж/см<sup>2</sup>, 2,7 Дж/см<sup>2</sup>, 3,7 Дж/см<sup>2</sup>;
- число импульсов воздействия  $n = 5$ ;
- длительность импульса  $\tau = 2 - 2,5$  мкс;
- частота импульсов  $\nu = 0,2$  Гц;
- диаметр пучка  $\sim 60$  мкм.

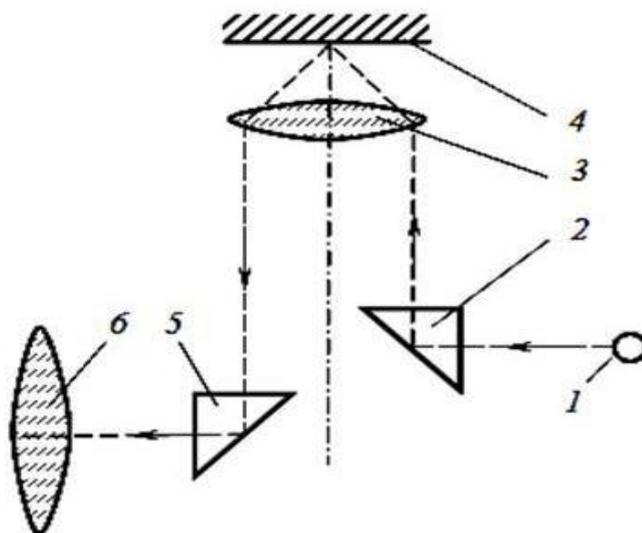
### 3.2 Методы оптической металлографии и оптической интерференционной профилометрии

#### Оптическая металлография

Метод оптической металлографии является методом микроструктурного анализа, который позволяет исследовать морфологию поверхности, а также форму и размеры кристаллических зерен, неметаллических включений и частиц вторых фаз [41].

Физический механизм формирования оптического изображения в микроскопе заключается в следующем. При попадании светового луча на плоскую поверхность, перпендикулярную направлению его распространения луч отражается и возвращается в объектив без преломления, и на изображении мы видим светлые участки. Если же падающий луч попадает на наклонную поверхность, то луч света рассеивается, и свет не попадает в объектив, вследствие чего на изображении мы видим эти участки темными [41].

Для получения оптических изображений используются методы оптических светлого и тёмного полей (СП, ТП). Схема получения изображения методом СП представлена на рисунке 11. Свет от источника (1) с помощью призмы (2), проходя через объектив (3), направляется на образец (4). После чего свет отражается от поверхности образца, повторно проходит через объектив, преломляется призмой (5) и попадает в окуляр (6) [42].

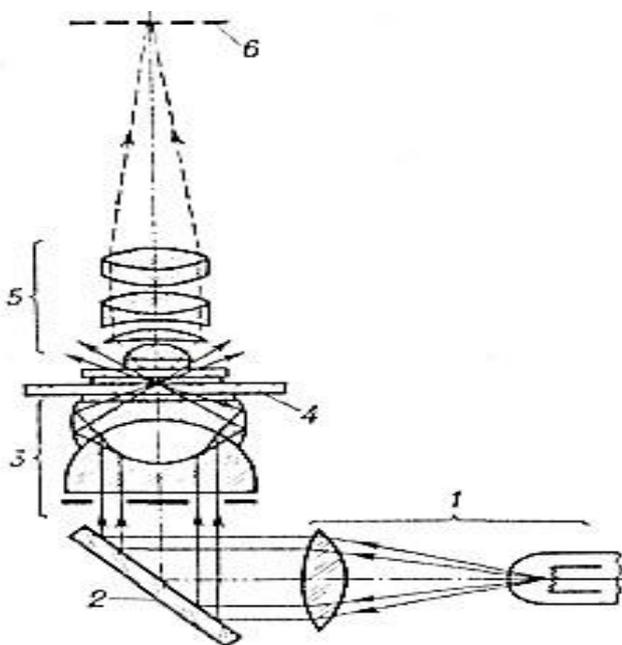


1 – осветитель, 2 – призма, 3 – объектив, 4 – образец, 5 – призма, 6 – окуляр

Рисунок 11 – Схема получения изображения методом СП [42].

При съёмке изображения методом ТП реализуется иная схема работы оптической системы микроскопа (рисунок 12). Световой пучок (1) с помощью зеркала (2) направляется на образец (4) через специальный конденсор (3), придающий световому пучку форму полого светового конуса. Благодаря такой установке, в объектив не попадают лучи, прошедшие без

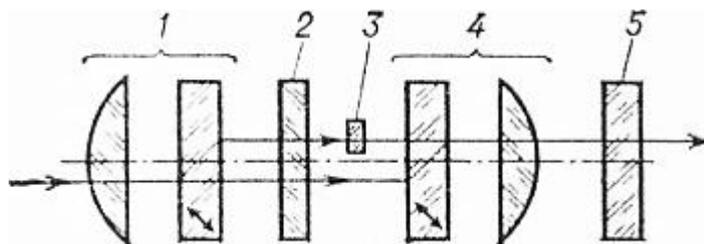
преломления. Формирование изображения происходит за счет отражения света от неоднородностей поверхности, и в отсутствии неоднородностей поле зрения микроскопа будет темным [42].



1 – осветитель, 2 – зеркало, 3 – конденсор, 4 – исследуемый объект, 5 – объектив, 6 – окуляр

Рисунок 12 – Схема получения изображения методом ТП [42].

Для оценки особенностей морфологии поверхности образцов TiNi до и после НСЭП-обработок в ходе работы была применена функция дифференциального интерференционного контраста (ДИК). Суть данного метода заключается в том, что пучок света в конденсоре (1), снабженном двоякопреломляющей пластинкой (на рисунке 13 обозначена диагональной стрелкой) расщепляется на 2 параллельных луча. Оба луча проходят через объект и воссоединяются на второй двоякопреломляющей пластинке, находящейся перед объективом (4). Если оба луча проходят одинаковые структуры, то между ними не возникает разности хода. Если же структуры разные, то один из лучей будет запаздывать по фазе, что и будет зафиксировано компенсатором (5).



1 – конденсор, 2 – объект, 3 – артефакт, 4 – объектив, 5 – компенсатор

Рисунок 13 – Структурная схема оптической системы, позволяющей получить изображения в режиме ДИК [42].

В данной работе исследование морфологии поверхности TiNi образцов до и после обработки пучком заряженных частиц проводили на оптическом микроскопе *Axiovert 200MAT* (*Zeiss*, Германия) (ЦКП «НАНОТЕХ» ИФПМ СО РАН, Томск) с использованием методов СП, ТП и ДИК. Оптические изображения поверхностей получили при последовательном изменении увеличения в 25, 50, 100, 200, 500 и 1000 раз.

#### Оптическая интерференционная профилометрия

Для детального анализа состояния морфологии поверхности и её топографических параметров до и после НСЭП-модификации поверхности был использован метод интерференционной профилометрии. Схема типичной оптической системы интерференционного профилометра представлена на рисунке 14.

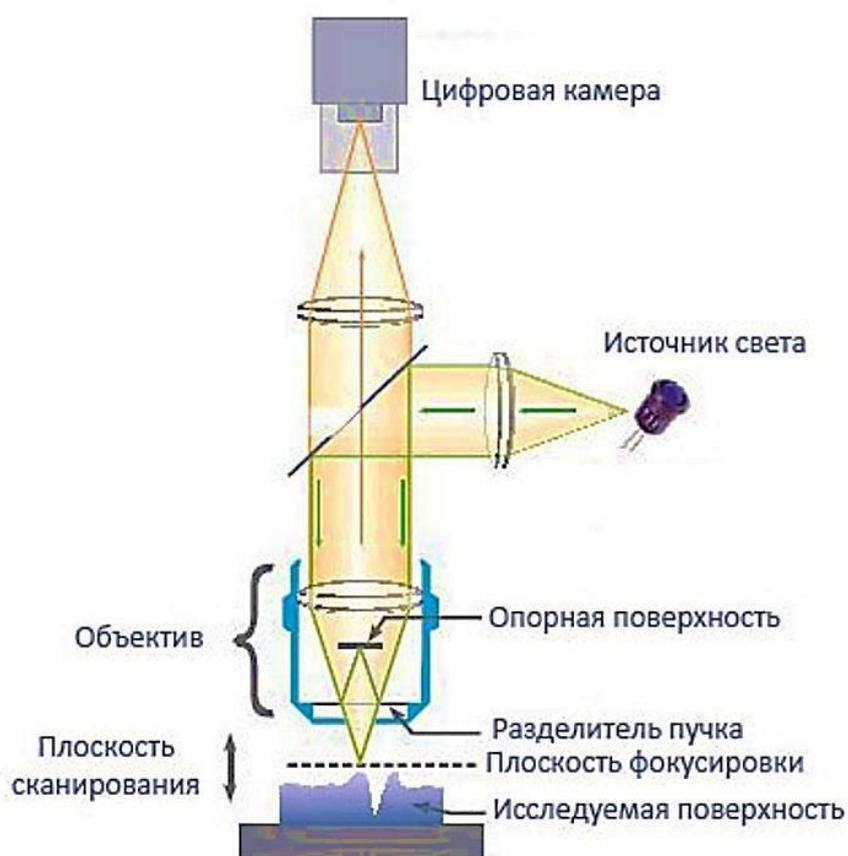


Рисунок 14 – Структурная схема оптической системы профилометра [43].

Свет от источника разделяется на два луча с помощью полупрозрачного зеркала. Далее, лучи, отраженные от опорной и от исследуемой поверхностей, образуют интерференционную картину. Набор интерференционных картин преобразуется в карту уровней поверхности. Профиль поверхности получают с помощью вертикального перемещения объектива.

Исследование состояния морфологии поверхности и её топографических параметров проведено на оптическом интерференционном профилометре *New View 6200* (*Zygo*, Германия) (ЦКП «НАНОТЕХ» ИФПМ СО РАН, Томск). С помощью программного комплекса

управления и сбора данных профилометра «MetroPro» были получены цифровые 2D- и 3D-изображения поверхности при увеличении в 20 раз, а также профили рельефа вдоль выбранного направления. Для определения числовых значений параметров шероховатости использована система средней линии, которая соответствует рекомендациям ГОСТа 2789-73 [43]. В качестве основного измеряемого параметра, используемого в дальнейшем для установления корреляционных зависимостей, был выбран параметр  $R_a$  – параметр средней шероховатости поверхности (среднеарифметическое отклонение профиля). Данный параметр высчитывается как среднеарифметическое абсолютных значений отклонений профиля в пределах базовой длины [43]:

$$R_a = \frac{1}{l} \int_0^l |y| dx, \quad (3)$$

где  $R_a$  – параметр средней шероховатости поверхности,  $l$  – базовая длина.

В ходе анализа экспериментальных результатов, параметр средней шероховатости поверхности  $R_a$  определялся, как интегральный показатель по всей анализируемой площади поверхности (в работе обозначен, как  $R_a^{\text{ИНТ}}$ ). С целью определения влияния локальных неоднородностей (частиц, кратеров) на шероховатость поверхности TiNi образцов до и после НСЭП-обработки, был проведён расчёт параметра средней шероховатости поверхности вдоль 10-ти линий (обозначен, как  $R_a^{\text{ЛИН}}$ ).

### 3.3 Метод инструментального индентирования

#### Описание эксперимента

Исследование механических свойств модифицированных поверхностных слоёв образцов TiNi сплава после НСЭП-обработок проведено методом инструментального индентирования на установке Nano Hardness Tester (CSM ННТ, Швейцария) ЦКП НИИ ЯФ ТПУ (Россия, Томск). Наконечник индентора – четырёхгранная алмазная пирамида Виккерса (угол при основании  $136^\circ$ ). Эксперимент проведен при 22 различных нагрузках. Величина нагрузки на индентор изменялась от 5 до 300 мН. Для получения статистически достоверного результата каждый режим нагружения повторён по 3 раза.

В результате эксперимента для каждого нагружения получены  $P-h$  диаграммы «нагружения/разгрузки», в виде зависимостей прикладываемой нагрузки  $P$  от глубины погружения индентора  $h$ , которые представляют информацию о характере деформации поверхностных слоёв материала под индентором.

#### Расчёт прочностных и упруго-пластических параметров

По диаграммам нагружения/разгрузки  $P(h)$  ( $h$  – глубина индентирования) были

определены параметры: твердость  $H$  и модуль Юнга  $E$ , характеристика пластичности  $\delta_H$ , степень восстановления отпечатка  $\eta$ .

По методике Оливера-Фарра [33], значения твёрдости  $H$  (4) и модуля Юнга  $E$  (5) определяли следующим образом:

$$H = \frac{P_{max}}{k \cdot h_c^2}, \quad (4)$$

где  $k$  – коэффициент, зависящий от формы индентора (для индентора Виккерса  $k = 24,504$ ),  $h_c$  – истинная глубина отпечатка.

$$E = \frac{(1 - \nu_m)}{\left(\frac{1}{E_r}\right) - \left(\frac{1 - \nu_i}{E_i}\right)}, \quad (5)$$

где  $\nu_m$  – коэффициент Пуассона материала,  $E_i$  и  $\nu_i$  – соответственно модуль Юнга и коэффициент Пуассона наконечника индентора.

Параметр пластичности  $\delta_H$  модифицированного поверхностного слоя, который характеризует склонность материала внутри этого слоя необратимо деформироваться под действием нагрузки  $P$ , оценивали, используя методику [44], по формуле:

$$\delta_H = 1 - 14,3 (1 - \nu - 2 \nu^2) \frac{HV}{E} \times 100\%, \quad (6)$$

где  $\nu$  – коэффициент Пуассона,  $HV$  – твёрдость по Виккерсу, рассчитанная из соотношения (7) [43]:

$$HV = 0,0945 \times H \quad (7)$$

Неупругие свойства поверхностного слоя оценивали, используя параметр  $\eta$ , характеризующий степень восстановления отпечатка индентора [38]:

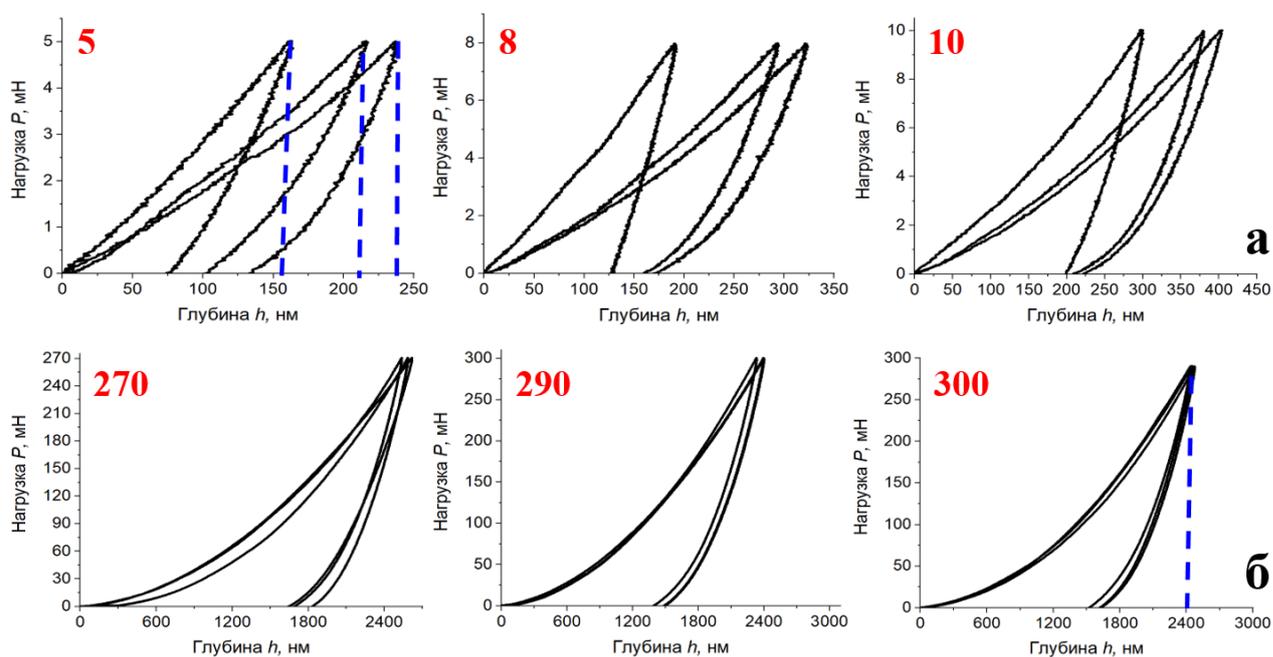
$$\eta = \frac{h_{max} - h_{plastic}}{h_{max}} \times 100 \%, \quad (8)$$

где  $h_{max}$  – максимальная глубина проникновения индентора при  $P_{max}$ ,  $h_{plastic}$  – остаточная глубина отпечатка после снятия нагрузки.

#### Построение зависимостей механических свойств

В силу того, что при максимальных нагрузках (в диапазоне от 5 до 50 мН) на индентор форма  $P$ - $h$  диаграмм и величины параметров максимальной глубины проникновения индентора  $h_{max}$  от разных экспериментов идентичны – значения прочностных и упруго-пластических параметров усредняли. Для того, чтобы наиболее точно оценить механические

свойства модифицированного поверхностного слоя, при минимальных нагрузках на индентор (в диапазоне от 60 до 300 мН) значения параметров не усредняли (рисунок 15).



а – при минимальных, б – при максимальных нагрузках на индентор

Рисунок 15 – Анализ первичных данных индентирования  $P$ - $h$  диаграммы, пунктиром обозначены значения максимальной глубины проникновения индентора  $h_{max}$ .

После расчёта параметров, а также их усреднения, для каждого образца строились зависимости твердости  $H$ , модуля Юнга  $E$ , параметра пластичности  $\delta_H$ , степени восстановления отпечатка  $\eta$  от максимальной глубины проникновения индентора  $h_{max}$  (рисунок 16).

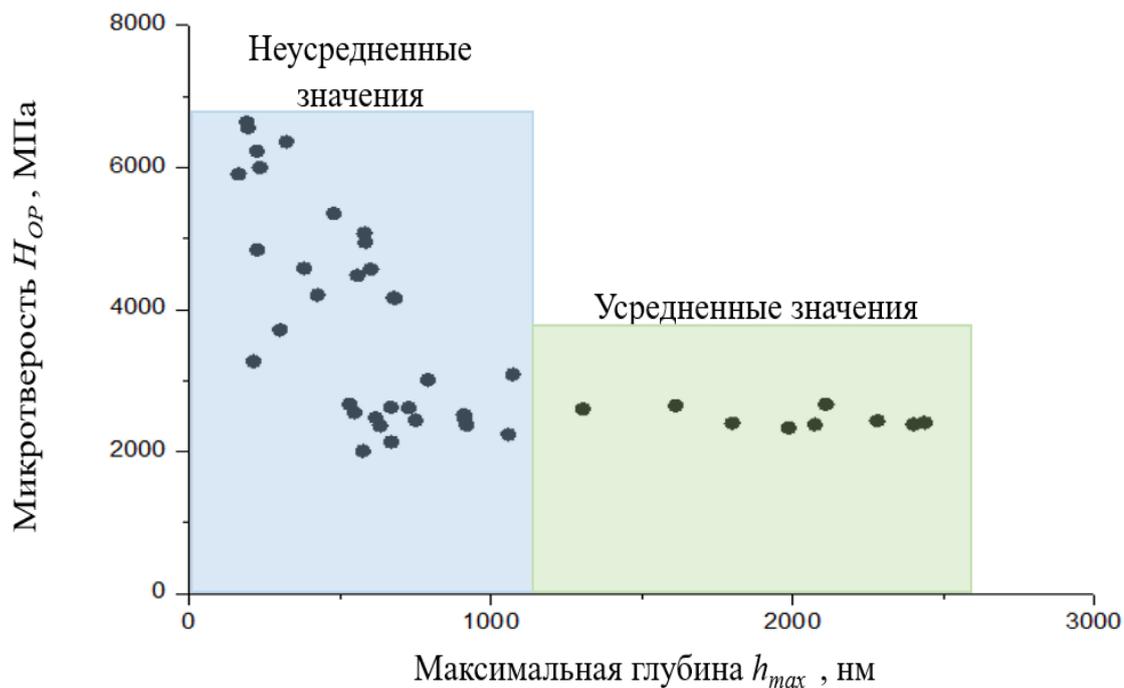


Рисунок 16 – Пример графика зависимости параметра твёрдости  $H$  от глубины проникновения индентора  $h_{max}$ .

Таким образом, расчёты прочностных и упруго-пластических параметров, характеризующих механические свойства поверхностных слоёв для каждого образца TiNi сплава на глубине до  $\sim 2,5$  мкм произведены в ходе анализа 66  $P-h$  диаграмм нагружения/разгрузки.

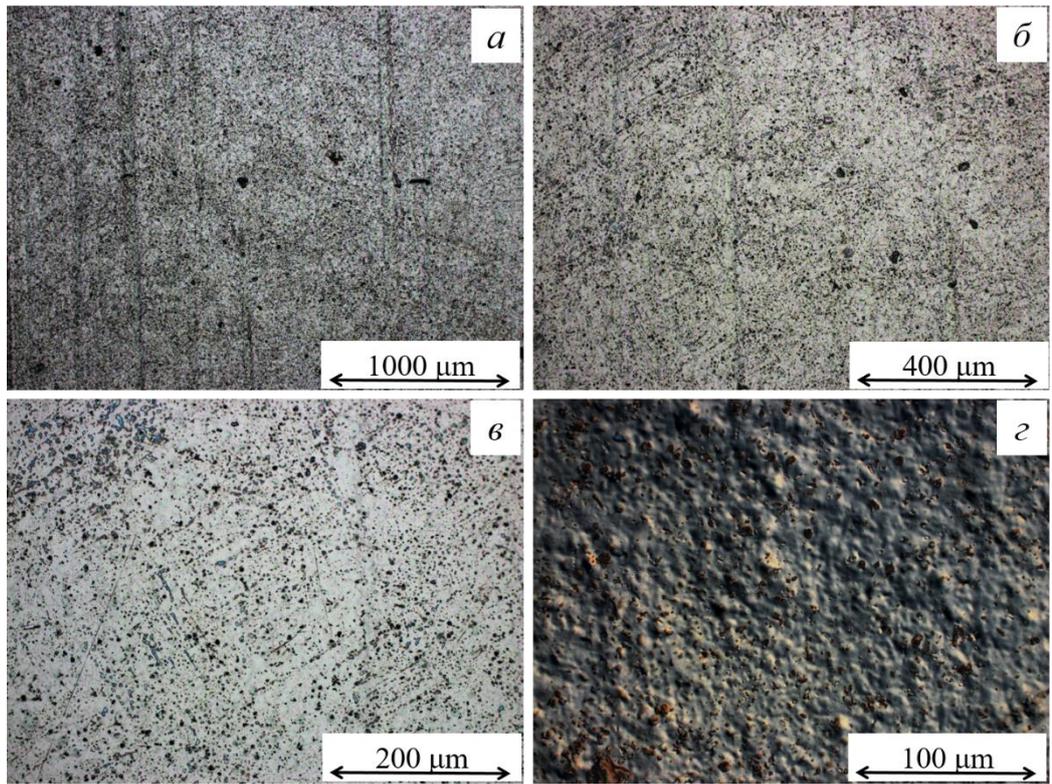
## 4 Результаты экспериментальных исследований

### 4.1 Морфология поверхности образцов TiNi сплава до и после облучения

На рисунках 17 – 22 приведены оптические металлографические изображения поверхностей TiNi образцов до облучения (в исходном состоянии) и после облучения электронным пучком при разных значениях плотности электронного пучка  $E_s$ . Изображения представлены при разных увеличениях поверхности образца и обозначены (а, б, в, г) в порядке увеличения разрешающей силы оптического микроскопа. В исходном TiNi-образце (рисунок 17) морфология поверхности обусловлена термомеханическим переделом слитка TiNi сплава в листовой прокат. На поверхности обнаружены частицы, размеры которых изменяются в пределах от  $\sim 0,5$  до  $\sim 5$  мкм. Исходя из анализа, проведенного в работе [45], данные частицы на поверхности TiNi-образца могут принадлежать фазам: Ti(C, O) – карбоксидам титана;  $Ti_4Ni_2O_x$  – оксидам на основе интерметаллической фазы  $Ti_2Ni$ . Наличие включений вторых и примесных фаз на исходной поверхности TiNi сплава, в соответствии с [9], может быть связано с этапами технологического передела слитка TiNi сплава.

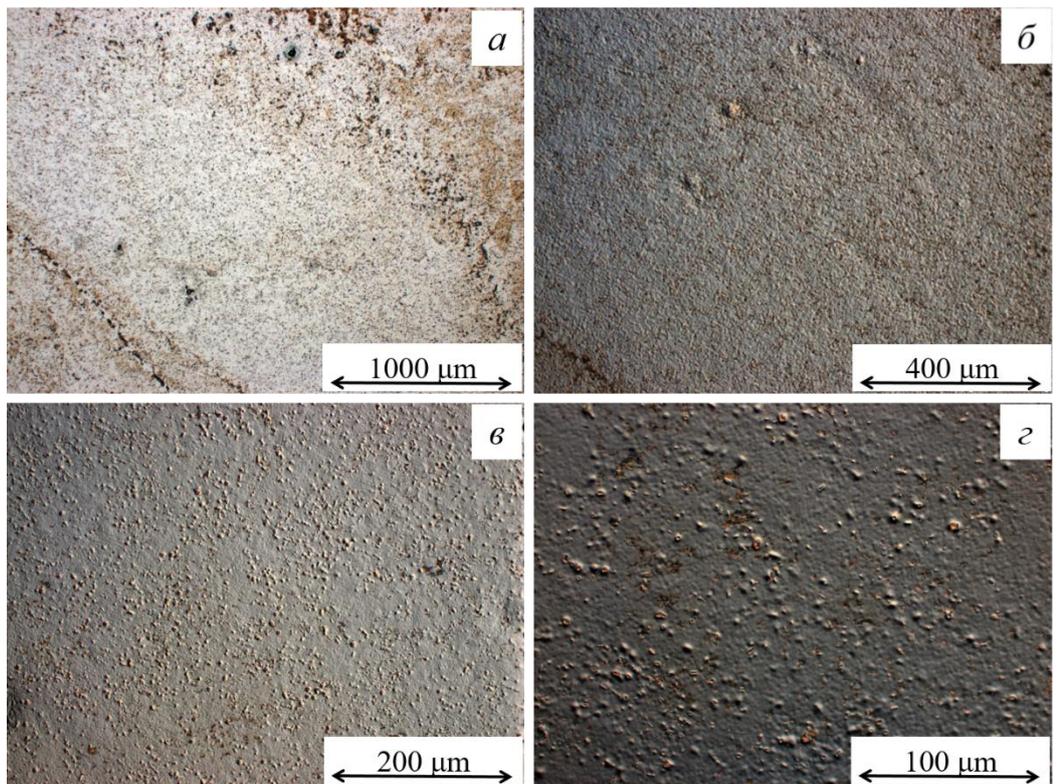
На рисунке 18 представлены оптические изображения поверхности образца TiNi сплава после поверхностных обработок, предшествовавших облучению. Как видно, на необлученной, электро-механически обработанной поверхности образца наблюдаются большое количество неоднородно распределённых частиц. Полученный результат свидетельствует о том, что этапы поверхностной обработки (механическая шлифовка и полировка до зеркального блеска, электрохимическая обработка) не позволяют полностью избавиться от включений, расположенных на поверхности. На основании данного результата, можно сделать заключение о целесообразности проведения НСЭП-обработки в качестве инструмента для выглаживания и гомогенизации поверхности и приповерхностных слоёв от частиц вторых и/или примесных фаз.

Рисунки 19 – 22 иллюстрируют морфологию поверхности образцов TiNi сплава после обработки электронным пучком с постоянным количеством импульсов  $n = 5$  и при различных значениях плотности энергии  $E_s$ . Наглядная оценка показывает, что в результате НСЭП-обработки с плотностью энергии электронного пучка  $E_s = 1,1$  Дж/см<sup>2</sup> произошло выглаживание поверхности образца TiNi сплава (рисунок 19). Это может говорить о том, что НСЭП-обработка переплавляет мелкодисперсные включения и приводит к выглаживанию поверхности образца TiNi сплава.



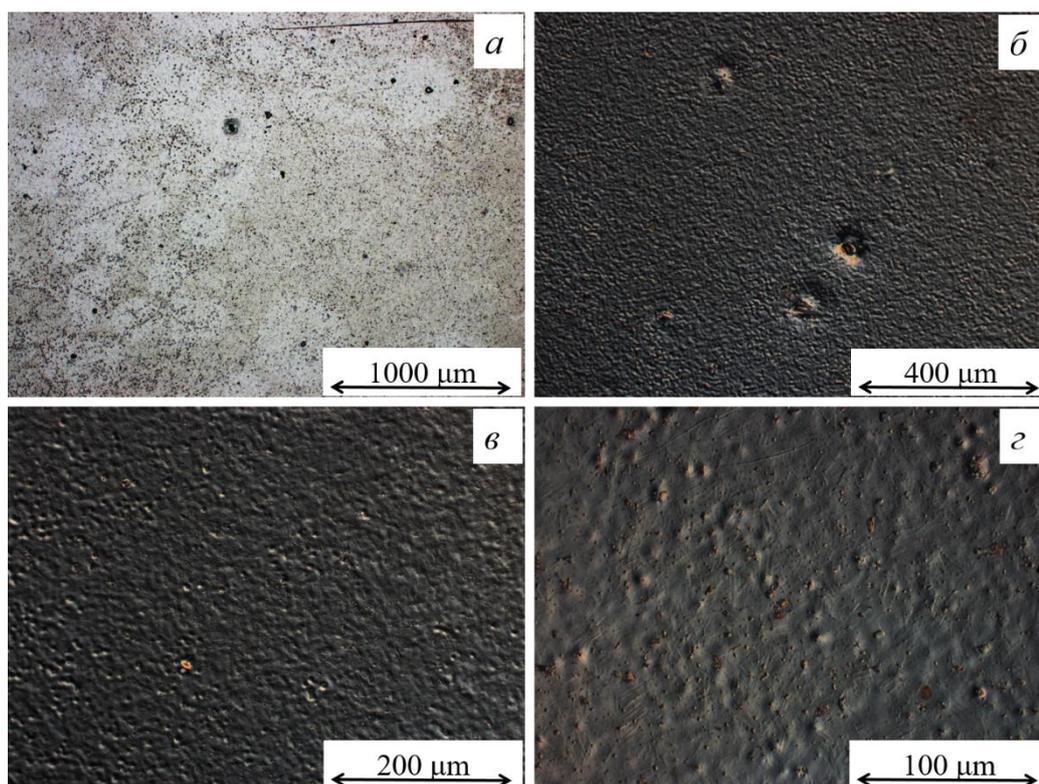
а, б, в – СП; г – ДИК

Рисунок 17 – Оптические изображения при разных увеличениях поверхности образца TiNi в исходном состоянии до предварительных поверхностных обработок.



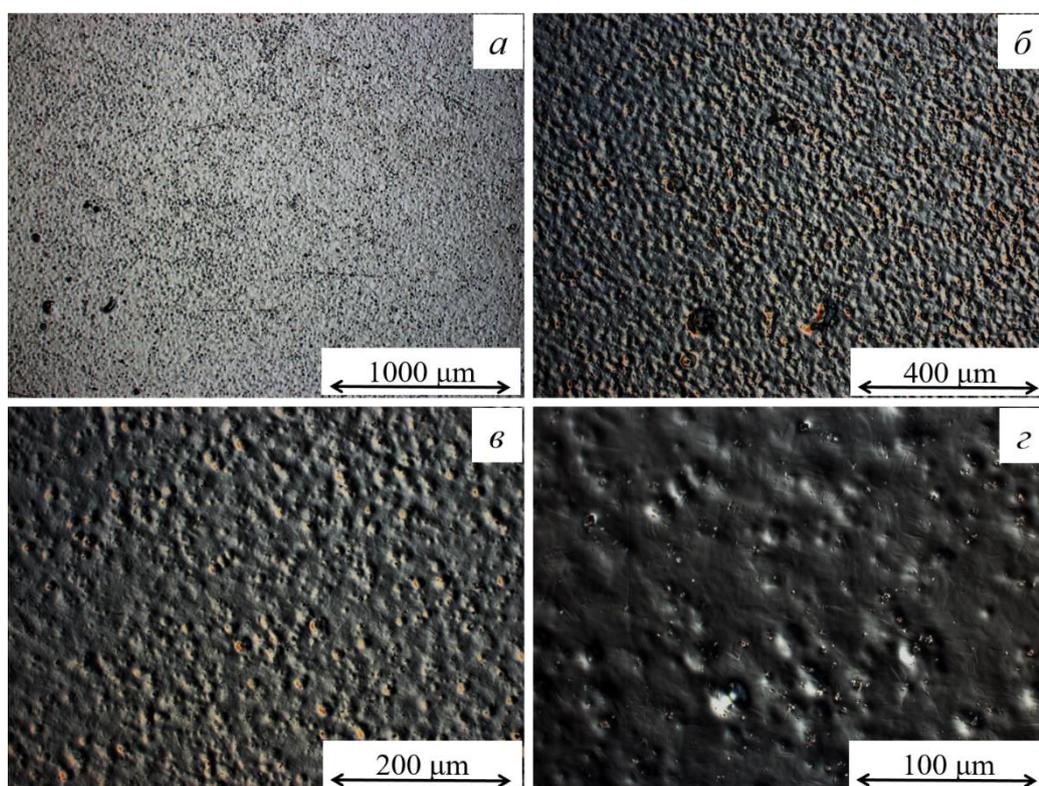
а – СП; б, в, г – ДИК

Рисунок 18 – Оптические изображения при разных увеличениях поверхности образца TiNi после этапов предварительных поверхностных обработок.



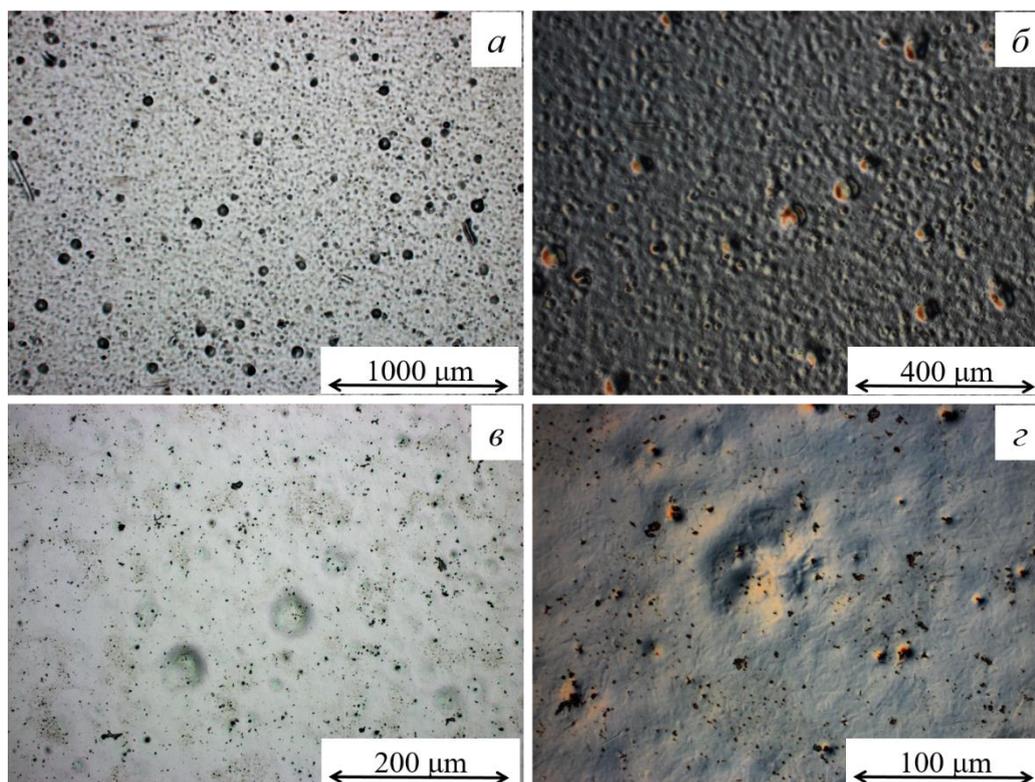
а – СП; б, в, г – ДИК

Рисунок 19 – Оптические изображения поверхности образца TiNi после НСЭП-обработки в режиме поверхностного плавления при  $E_s = 1,1 \text{ Дж/см}^2$ .



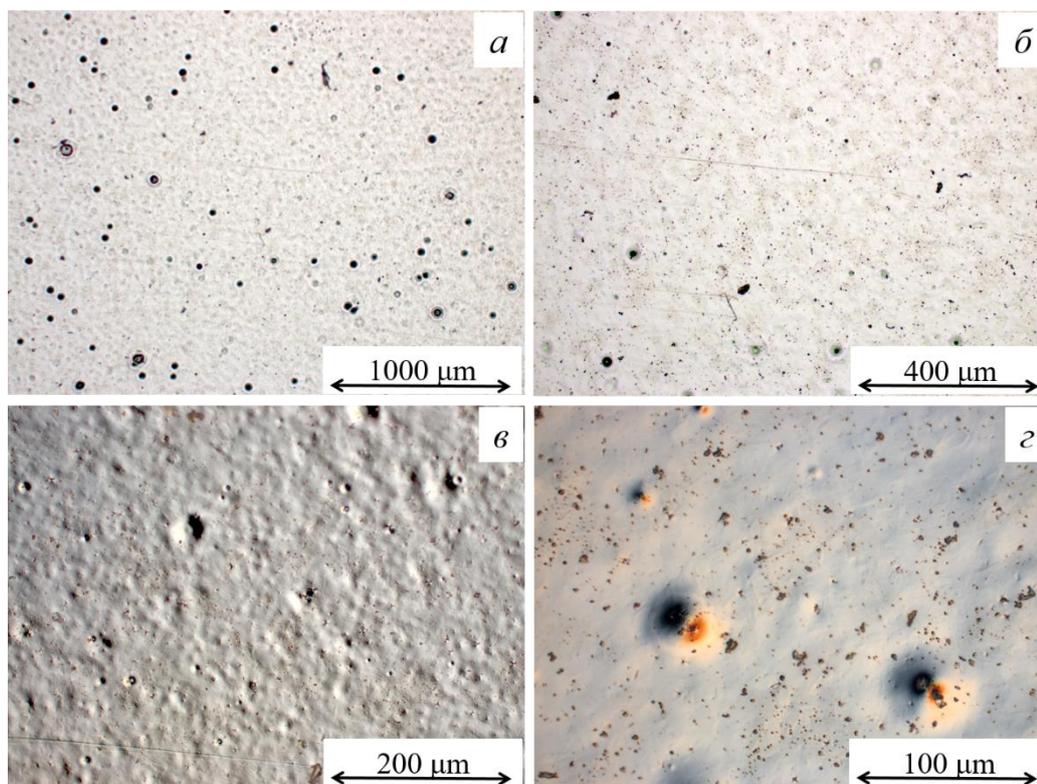
а – СП; б, в, г – ДИК

Рисунок 20 – Оптические изображения поверхности образца TiNi после НСЭП-обработки в режиме поверхностного плавления:  $E_s = 1,7 \text{ Дж/см}^2$ .



а – СП; б, в, г – ДИК

Рисунок 21 – Оптические изображения поверхности образца TiNi после НСЭП-обработки в режиме поверхностного плавления:  $E_s = 2,7 \text{ Дж/см}^2$ .



а, б – СП; в, г – ДИК

Рисунок 22 – Оптические изображения поверхности образца TiNi после НСЭП-обработки в режиме поверхностного плавления:  $E_s = 3,7 \text{ Дж/см}^2$ .

После НСЭП-обработок образцов TiNi сплава с плотностью энергии электронного пучка  $E_s$  равном 1,7; 2,7 и 3,7 Дж/см<sup>2</sup>, соответственно, на поверхности наблюдается кратерообразный рельеф. Действительно, изображения на рисунках 19 – 22 (в – з) иллюстрируют морфологические особенности рельефа поверхности. Исходя из сопоставления оптических изображений до и после модификации поверхности, можно сделать вывод о том, что формирование кратерообразного рельефа на поверхности образцов TiNi сплава в результате НСЭП-обработок обусловлено наличием и характером распределения мелкодисперсных частиц вторых и примесных фаз, которые неоднородно были расплавлены под воздействием электронного пучка. Вероятнее всего понижение интенсивности образования кратеров, а также изменение их размеров зависят от увеличения плотности энергии электронного пучка  $E_s$ .

На основании анализа результатов оптической металлографии можно сделать заключение о том, что закономерности кратерообразования на поверхности в результате НСЭП-обработки определяются особенностями структуры прокатанных образцов TiNi сплава и характером распределения мелкодисперсных включений.

#### 4.2 Анализ топографических параметров в зависимости от режима электронно-пучковой обработки образцов TiNi сплава

Для количественной оценки уровня шероховатости поверхности образцов TiNi сплава до и ее выглаживания после электронно-пучковой обработки исследована морфология поверхности и значения её топографических параметров методом оптической интерференционной профилометрии. На рисунках 23, 24 представлены оптические 2D- и 3D-изображения рельефа поверхности исходного образца и образцов после НСЭП-обработки при различных значениях плотности энергии электронного пучка  $E_s$ . На 2D-изображениях указано количественное значение интегрального параметра средней шероховатости  $R_a^{\text{ИНТ}}$ .

Анализ морфологии поверхности образца исходного TiNi сплава после этапов предварительных поверхностных обработок показал, что поверхность имеет равномерный характер распределения неровностей (рисунок 23). Величина интегрального параметра средней шероховатости  $R_a^{\text{ИНТ}}$  составляет 0,09 мкм.

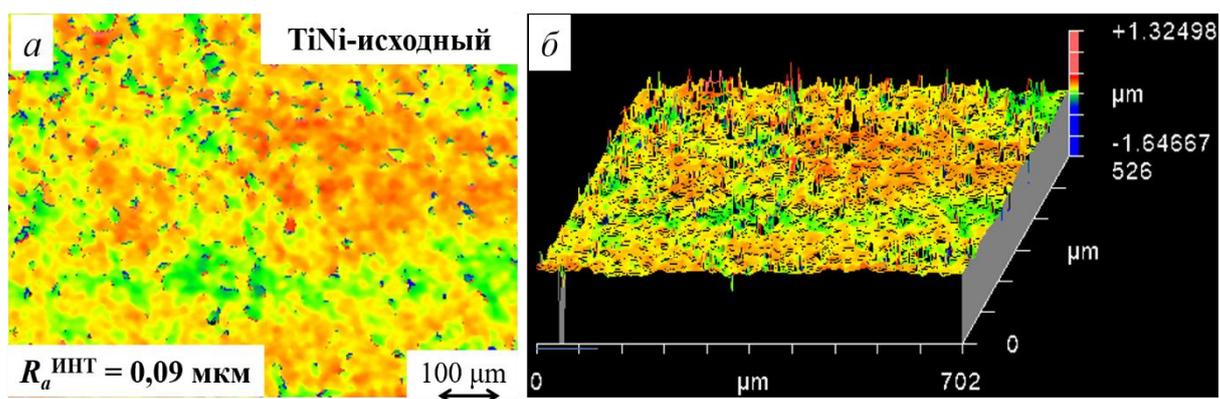
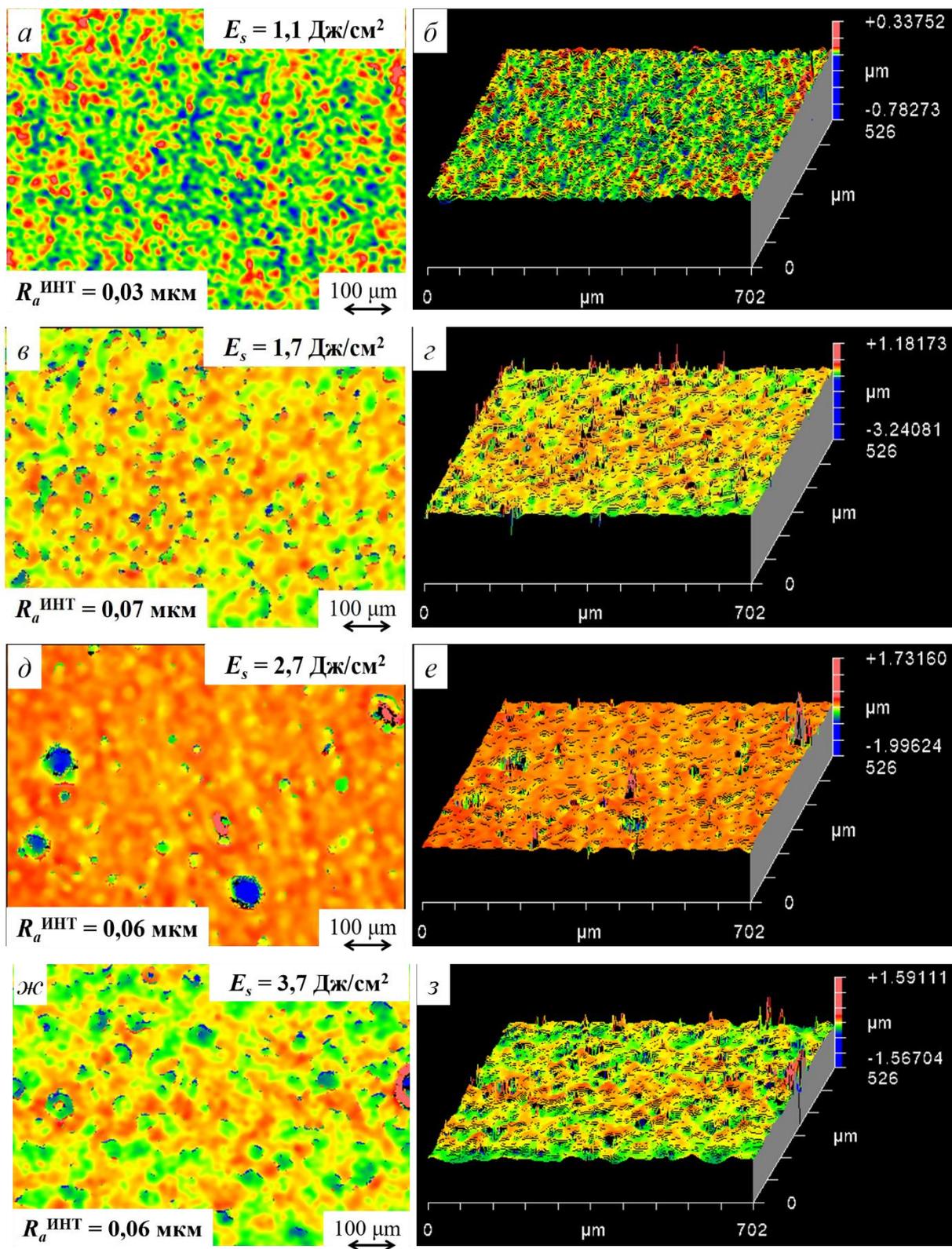


Рисунок 23 – Результаты оптической профилометрии TiNi-образца в исходном состоянии после предварительных поверхностных обработок.

Исследования областей кратерообразного рельефа и локальных неоднородностей на поверхности образцов TiNi сплава после НСЭП обработок показали (рисунок 24), что данные неоднородности имеют различные форму и размеры. Так, при плотности энергии электронного пучка  $E_s$  равной 1.1, 1.7 и 3,7 Дж/см<sup>2</sup> морфология поверхности представляет однородное распределение вогнутостей и выпуклостей, в отличие от образца в режиме обработки с плотностью энергии электронного пучка  $E_s = 2,7$  Дж/см<sup>2</sup>, где на поверхности присутствуют единичные углубления, размеры которых достигают до  $\sim 2$  мкм от поверхности (рисунок 24 д, е). Это, в свою очередь, может привести к различию топографических характеристик исследуемых образцов TiNi сплава после НСЭП-облучения.



а, б –  $E_s = 1,1 \text{ Дж/см}^2$ , в, г –  $E_s = 1,7 \text{ Дж/см}^2$ , д, е –  $E_s = 2,7 \text{ Дж/см}^2$ , ж, з –  $E_s = 3,7 \text{ Дж/см}^2$   
 Рисунок 24 – 2D- и 3D-изображения поверхности TiNi-образцов после НСЭП-обработки.

В результате НСЭП-обработки с плотностью энергии электронного пучка  $E_s = 1,1 \text{ Дж/см}^2$  (рисунок 24 а, б) действительно произошло выглаживание поверхности образца TiNi сплава. Так, результаты оценки шероховатости поверхности показывают заметное уменьшение параметра  $R_a^{\text{ИНТ}}$  до значений  $\sim 0,03 \text{ мкм}$ . Для оценки выглаживания поверхности TiNi образцов после электронно-пучковой обработки подробно исследована зависимость интегрального параметра средней шероховатости  $R_a^{\text{ИНТ}}$  от плотности энергии электронного пучка  $E_s$  при  $n = 5$  (рисунок 25). С целью установления влияния локальных неоднородностей (частиц, кратеров) на параметр шероховатости образцов TiNi сплава, проведено исследование линейного параметра средней шероховатости  $R_a^{\text{ЛИН}}$  (вдоль 10-ти выбранных линий), результаты которого приведены на гистограмме (рисунок 25).

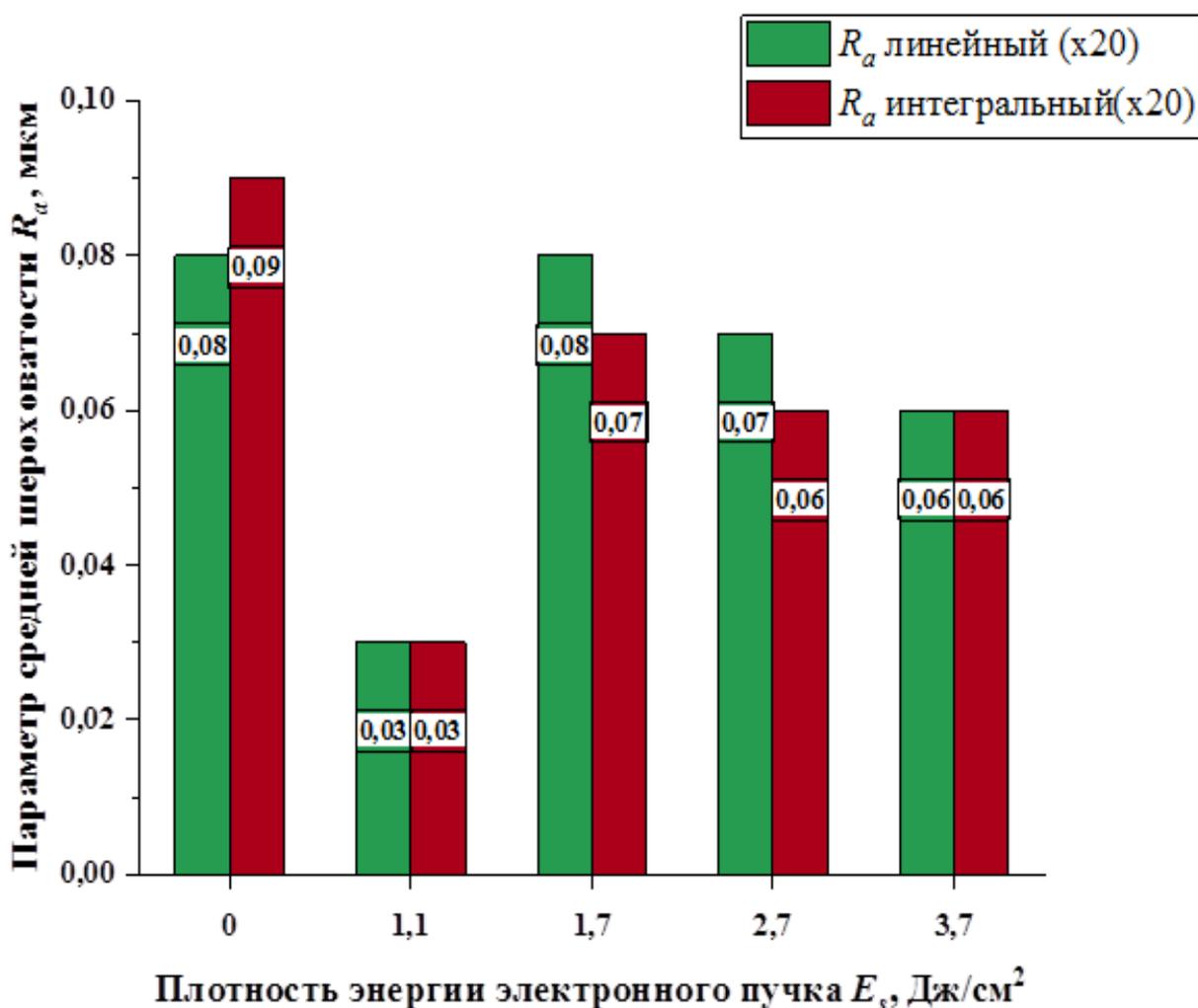


Рисунок 25 – Зависимость параметров средней шероховатости  $R_a^{\text{ИНТ}}$  и  $R_a^{\text{ЛИН}}$  от плотности энергии электронного пучка  $E_s$ .

Полученный результат говорит о том, что, вероятнее, более однородный переплав поверхностного слоя, а также достижение гладкой поверхности происходит в режиме  $E_s = 1,1$  Дж/см<sup>2</sup>. В то время как, разница в значениях  $R_a^{\text{ИНТ}}$  и  $R_a^{\text{ЛИН}}$  для образцов в режимах при  $E_s$  равных 1,7 и 2,7 Дж/см<sup>2</sup>, а именно большее значение параметра  $R_a^{\text{ЛИН}}$ , а также оптические изображения в 4.1 рисунки 20 – 21 могут свидетельствовать о наличии неоднородного переплава частиц, находящихся на поверхности облучённого TiNi-сплава.

Таким образом можно установить, что НСЭП-обработка при  $n = 5$  и минимальное значение плотности энергии электронного пучка  $E_s = 1,1$  Дж/см<sup>2</sup>, позволяет более равномерно переплавить частицы на поверхности TiNi сплава, тем самым обеспечивая её выглаживание. Можно сделать предположение, что вводимой энергии достаточно для начала плавления тонкого поверхностного слоя без активного участия процессов кратерообразования.

#### 4.3 Изменение прочностных и упруго-пластических свойств поверхностных слоёв в зависимости от режимов облучения

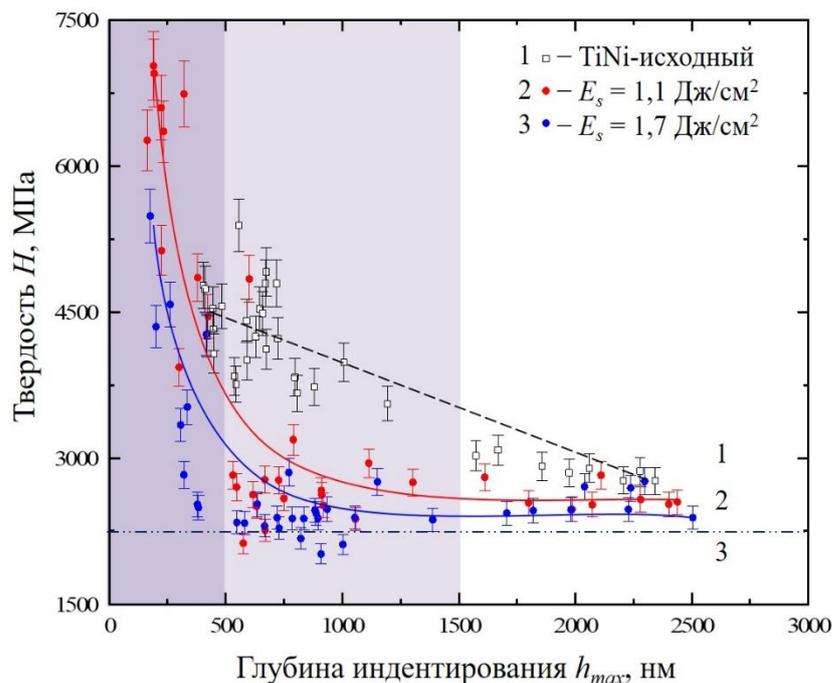
В TiNi образцах методом инструментального индентирования до и после НСЭП-обработки проведены исследования прочностных и упруго-пластических параметров, позволяющих охарактеризовать физико-механические свойства модифицированных слоёв. Результаты исследований представлены в виде зависимостей величины твердости  $H$ , модуля Юнга  $E$  и характеристики пластичности  $\delta_H$  от максимальной глубины внедрения индентора  $h_{\text{max}}$  при различных значениях нагрузки  $P$  на индентор (рисунки 26 – 31). Для удобного анализа полученных экспериментальных результатов на данных зависимостях выделены области поверхностных слоёв на глубинах 500 и 1500 нм.

Значения твёрдости и модуля упругости вблизи поверхности образца TiNi сплава до НСЭП-обработок равны  $H \approx 4500$  МПа (рисунок 26, кривая 1),  $E \approx 60$  ГПа (рисунок 28, кривая 1). Значения этих параметров линейно уменьшаются до  $H \approx 2500$  МПа,  $E \approx 50$  ГПа на глубине  $h$  равной  $\sim 1,5$  мкм. Повышение значений параметра твёрдости и модуля вблизи поверхности облучения (на глубине  $h$  менее  $\sim 1,5$  мкм) связано с механическим наклёпом, вызванным переделом слитка TiNi сплава в листовой прокат и последующей предварительной подготовкой поверхности образцов (этапы механической шлифовки) перед облучением.

Установлено, что в образцах после НСЭП-обработки величина твердости поверхностных слоев (на глубине менее 500 нм от поверхности) значительно возрастает относительно значений в объеме образца в зависимости от режима обработки: до  $\sim 7000$  МПа при плотности энергии электронного пучка  $E_s = 1,1$  Дж/см<sup>2</sup>, до  $\sim 5500$  МПа при  $E_s = 1,7$  Дж/см<sup>2</sup>, до  $\sim 4000$  МПа при  $E_s = 2,7$  Дж/см<sup>2</sup>, до  $\sim 6000$  МПа при  $E_s = 3,7$  Дж/см<sup>2</sup>. На глубине от

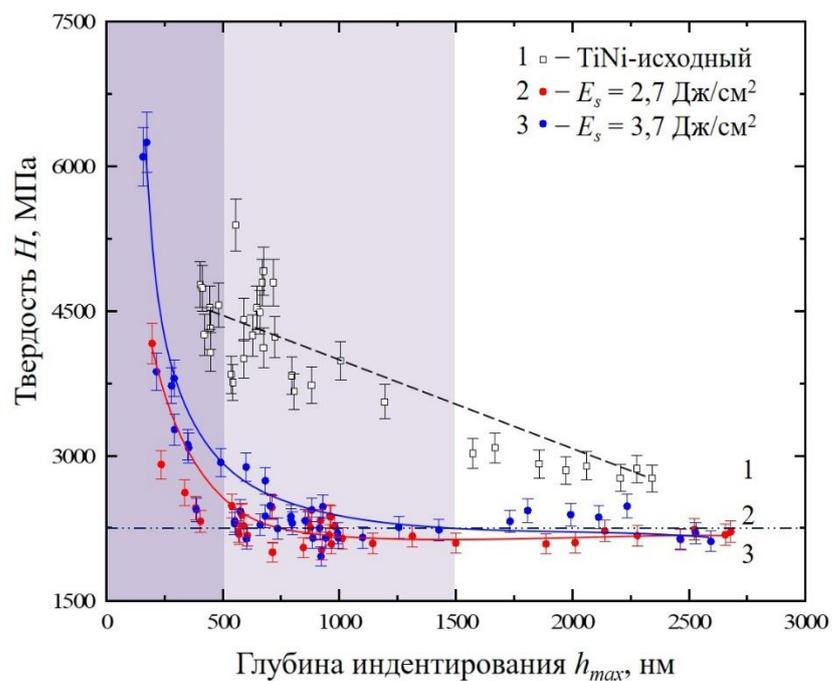
поверхности более  $\sim 2$  мкм параметры твердости принимают значения, близкие к исходным значениям параметра материала TiNi-подложки.

Анализ параметра пластичности на глубинах менее 500 нм и 2 мкм от поверхности позволил установить, что НСЭП-обработка образцов TiNi сплава ведёт к понижению пластичности до  $\sim 60$  %. В то время как в промежуточном слое на глубине между 500 нм и 2 мкм параметр принимает значение  $\sim 70$  %, что соответствует значению TiNi подложки в объёме материала (на глубине  $\sim 2$  мкм).



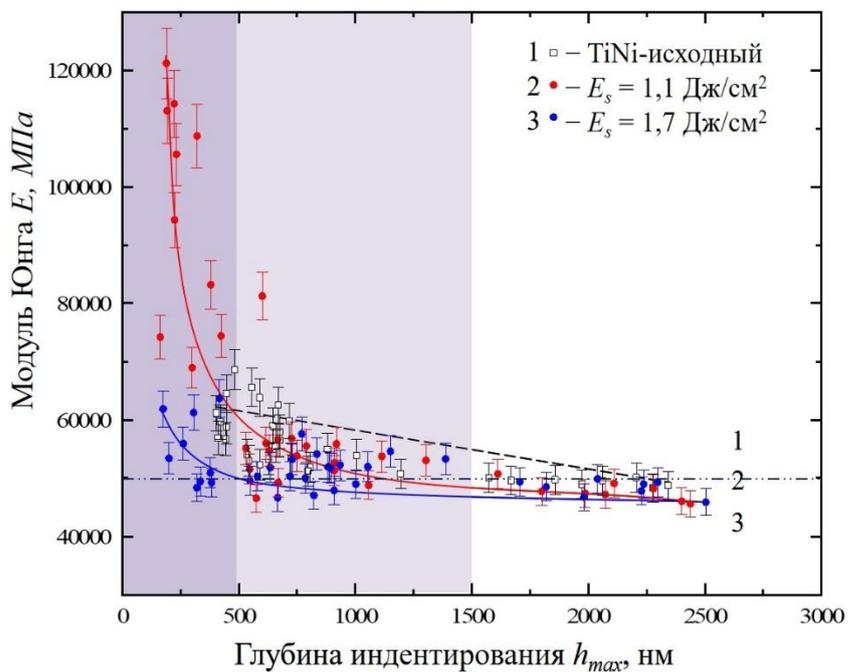
1 – образец TiNi после предварительных поверхностных обработок, 2 – образец TiNi после НСЭП-обработки при  $E_s = 1,1$  Дж/см<sup>2</sup>, 3 – при  $E_s = 1,7$  Дж/см<sup>2</sup>

Рисунок 26 – Зависимость твердости  $H$  от максимальной глубины проникновения индентора  $h_{max}$ .



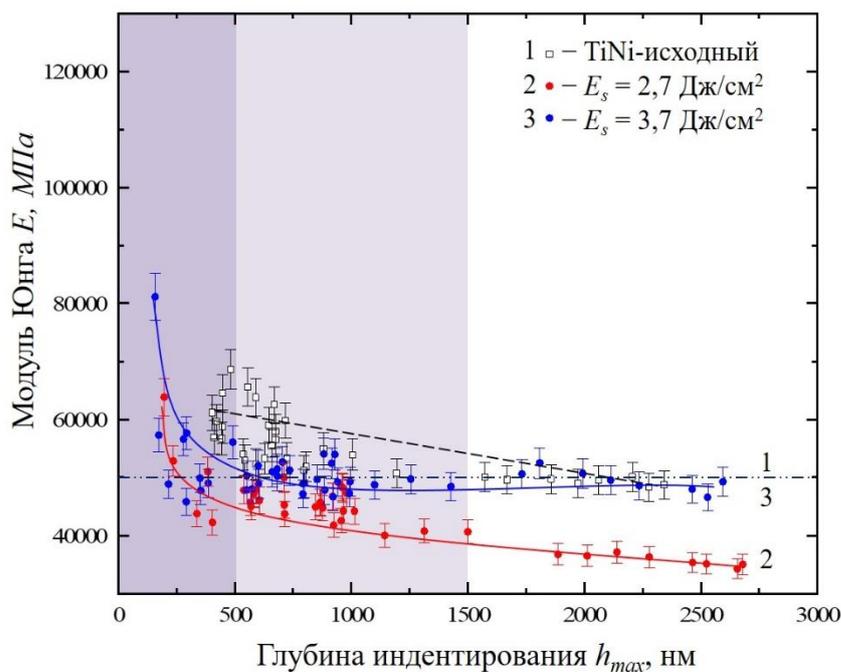
1 – образец TiNi после предварительных поверхностных обработок, 2 – при  $E_s = 2,7 \text{ Дж/см}^2$ ,  
3 – при  $E_s = 3,7 \text{ Дж/см}^2$

Рисунок 27 – Зависимость твердости  $H$  от максимальной глубины проникновения индентора  $h_{max}$ .



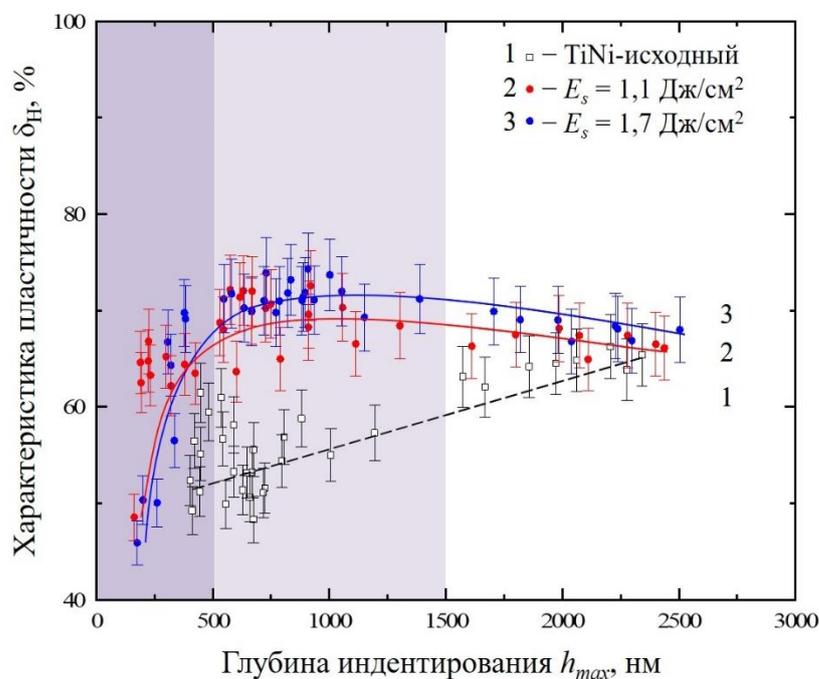
1 – образец TiNi после предварительных поверхностных обработок, 2 – при  $E_s = 1,1 \text{ Дж/см}^2$ ,  
3 – при  $E_s = 1,7 \text{ Дж/см}^2$

Рисунок 28 – Зависимость модуля Юнга  $E$  от максимальной глубины проникновения индентора  $h_{max}$ .



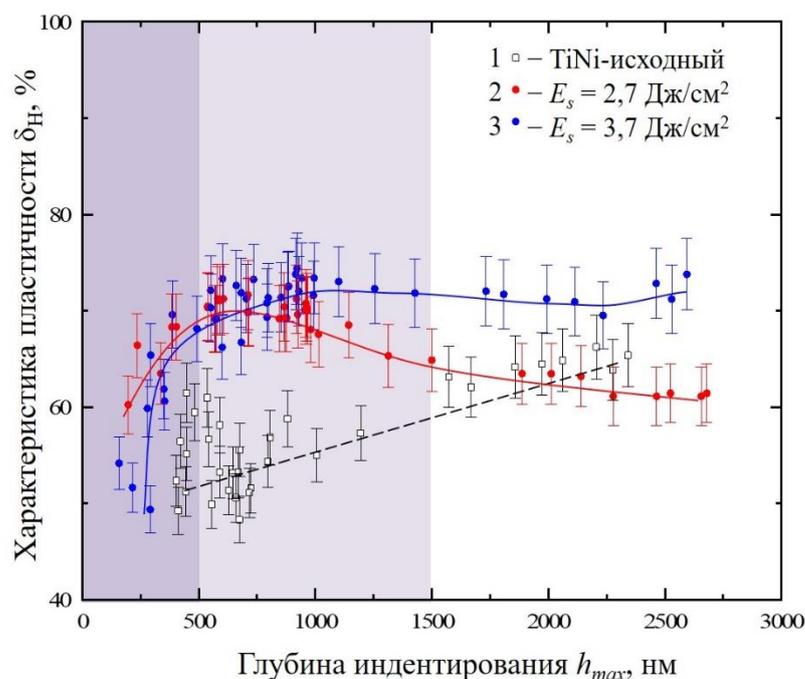
1 – образец TiNi после предварительных поверхностных обработок, 2 – при  $E_s = 2,7 \text{ Дж/см}^2$ ,  
3 – при  $E_s = 3,7 \text{ Дж/см}^2$

Рисунок 29 – Зависимость модуля Юнга  $E$  от максимальной глубины проникновения индентора  $h_{max}$ .



1 – образец TiNi после предварительных поверхностных обработок, 2 – при  $E_s = 1,1 \text{ Дж/см}^2$ ,  
3 – при  $E_s = 1,7 \text{ Дж/см}^2$

Рисунок 30 – Зависимости характеристики пластичности  $\delta_H$  от максимальной глубины проникновения индентора  $h_{max}$ .



- 1 – образец TiNi после предварительных поверхностных обработок, 2 – при  $E_s = 2,7 \text{ Дж/см}^2$ ,  
3 – при  $E_s = 3,7 \text{ Дж/см}^2$

Рисунок 31 – Зависимости характеристики пластичности  $\delta_H$  от максимальной глубины проникновения индентора  $h_{max}$ .

В таблицах 3 и 4 приведены интегральные значения прочностных ( $H$ ) и упруго-пластических ( $E$ ,  $\delta_H$ ) параметров для поверхностных слоев толщиной  $\sim 500 \text{ нм}$  и  $\sim 1500 \text{ нм}$  при различных режимах НСЭП-обработки  $E_s$ .

Таблица 3 – Интегральные прочностные и упруго-пластические параметры для поверхностного слоя толщиной  $\sim 500 \text{ нм}$ .

Параметр	Режим НСЭП-обработки				
	TiNi-исходный	1,1 Дж/см <sup>2</sup>	1,7 Дж/см <sup>2</sup>	2,7 Дж/см <sup>2</sup>	3,7 Дж/см <sup>2</sup>
$H$ , МПа	4500	7000 (↑2500)	5000 (↑500)	4500	6000 (↑1500)
$E$ , ГПа	60	120 (↑60)	60	60	80 (↑20)
$\delta_H$ , %	50	60 (↑10)	60 (↑10)	65 (↑15)	60 (↑10)
<i>В скобках указана тенденция изменения параметра относительно исходного TiNi-образца</i>					

Таблица 4 – Интегральные прочностные и упруго-пластические параметры для поверхностного слоя толщиной ~ 1500 нм.

Параметр	Режим НСЭП-обработки				
	TiNi-исходный	1,1 Дж/см <sup>2</sup>	1,7 Дж/см <sup>2</sup>	2,7 Дж/см <sup>2</sup>	3,7 Дж/см <sup>2</sup>
$H$ , МПа	4500	3000 (↓500)	2500 (↓2000)	2500 (↓2000)	2500 (↓2000)
$E$ , ГПа	55	55	55	40 (↓15)	50 (↓5)
$\delta_H$ , %	50	70 (↑20)	70 (↑20)	65 (↑15)	70 (↑20)
<i>В скобках указана тенденция изменения параметра относительно исходного TiNi-образца</i>					

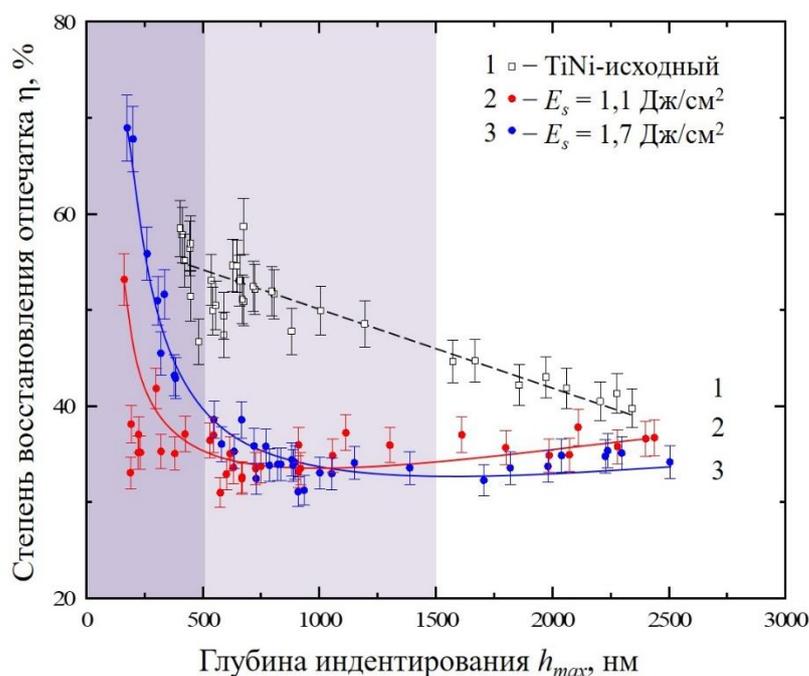
Из анализа полученных экспериментальных данных следует, что режим НСЭП-обработки при  $E_s = 1,1$  Дж/см<sup>2</sup>, который, как было установлено в 4.1, 4.2 приводит к выглаживаю поверхности, а также приводит к повышению твёрдости  $H = 7000$  МПа и модуля упругости  $E = 120$  ГПа в поверхностном слое толщиной ~ 500 нм. Такое упрочнение поверхностного слоя на глубине  $h$  менее ~ 500 нм, вероятнее всего связано с наличием образовавшейся столбчатой структуры в процессе НСЭП-модификации образца TiNi сплава.

Напротив, для образца после НСЭП-обработки при  $E_s = 2,7$  Дж/см<sup>2</sup>, у которого  $R_a^{ИНТ} = 0,06$  мкм, несмотря на обнаруженные локальные неоднородности после переплава поверхностного слоя, значения  $H = 4500$  МПа,  $E = 60$  ГПа,  $\delta_H = 65$  %. Данный результат показывает, что НСЭП-обработка при  $E_s = 2,7$  Дж/см<sup>2</sup> не приводит к высокому упрочнению поверхностного слоя.

Из анализа физико-механических свойств модифицированных слоёв образцов TiNi сплава следует, что увеличение плотности энергии электронного пучка  $E_s$  не приводит к закономерному изменению прочностных и упруго-пластических параметров в модифицированном слое толщиной не более ~ 500 нм.

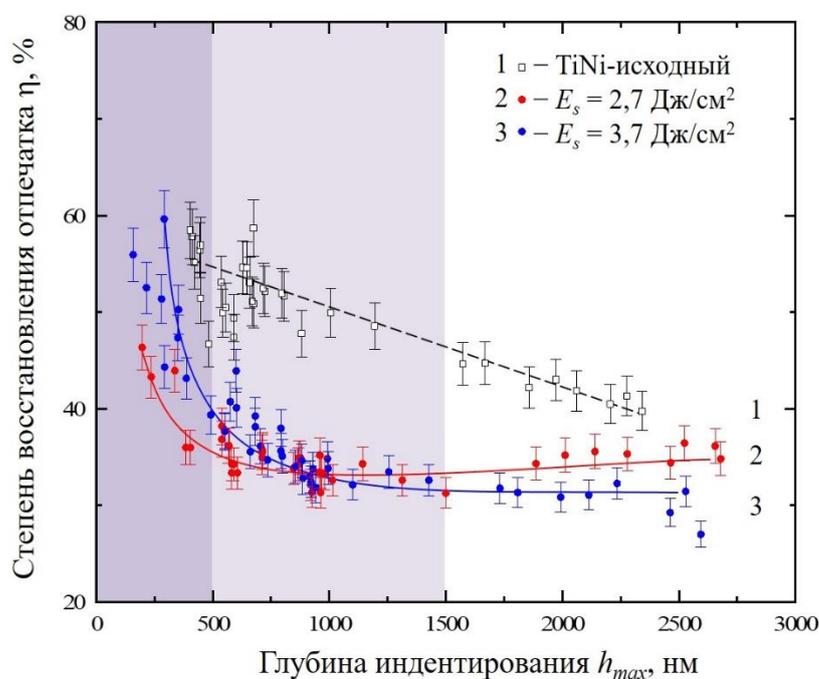
#### 4.4 Влияние электронно-пучковой обработки на неупругие свойства TiNi сплава

Для оценки неупругих свойств поверхностных слоёв образцов TiNi-сплава до и после НСЭП-обработки проведено исследование изменения степени восстановления отпечатка  $\eta$ . Данный параметр позволяет оценить неупругий вклад в восстановление формы и размеров отпечатка, образовавшегося под индентором. На рисунках 32, 33 показаны зависимости степени восстановления формы отпечатка  $\eta$  от максимальной глубины проникновения индентора  $h_{max}$ .



1 – образец TiNi после предварительных поверхностных обработок, 2 – образец TiNi после НСЭП-обработки при  $E_s = 1,1 \text{ Дж/см}^2$ , 3 – при  $E_s = 1,7 \text{ Дж/см}^2$

Рисунок 32 – Зависимости степени восстановления отпечатка  $\eta$  от максимальной глубины проникновения индентора  $h_{max}$ .



1 – образец TiNi после предварительных поверхностных обработок, 2 – образец TiNi после НСЭП-обработки при  $E_s = 2,7 \text{ Дж/см}^2$ , 3 – при  $E_s = 3,7 \text{ Дж/см}^2$ .

Рисунок 33 – Зависимости степени восстановления отпечатка  $\eta$  от максимальной глубины проникновения индентора  $h_{max}$ .

Так же, как и для других параметров, на графиках зависимостей выделены области, соответствующие поверхностным слоям толщиной 500 и 1500 нм. В таблице 5 приведены значения степени восстановления отпечатка для этих слоев при различных режимах НСЭП обработки  $E_s$ .

В исходном образце TiNi-сплава до НСЭП-обработок степень восстановления отпечатка  $\eta$  в поверхностном слое толщиной  $\sim 500$  нм принимает значение 55 %, а в поверхностном слое толщиной  $\sim 1500$  нм снижается до 50 %. На глубине более  $\sim 2$  мкм, интегральное значение параметра  $\eta = 40\%$ .

Таблица 5 – Степень восстановления отпечатка на различных глубинах от поверхности.

Параметр	Режим обработки				
	TiNi-исходный	1,1 Дж/см <sup>2</sup>	1,7 Дж/см <sup>2</sup>	2,7 Дж/см <sup>2</sup>	3,7 Дж/см <sup>2</sup>
До 500 нм	55	45 (↓10)	60 (↑5)	40 (↓15)	50 (↓5)
До 1500 нм	50	35 (↓15)	35 (↓15)	35 (↓15)	35 (↓15)
Более $\sim 2$ мкм	40	35 (↓5)	35 (↓5)	35 (↓5)	30 (↓10)
<i>В скобках указана тенденция изменения параметров относительно исходного TiNi-образца</i>					

По результатам исследования установлено, что при различных режимах НСЭП обработки степень восстановления отпечатка изменяется относительно значений в исходном образце следующим образом.

В поверхностном слое толщиной  $\sim 500$  нм: уменьшается на 10 % при  $E_s = 1,1$  Дж/см<sup>2</sup>, увеличивается на 10 % при  $E_s = 1,7$  Дж/см<sup>2</sup>, уменьшается на 15 % при  $E_s = 2,7$  Дж/см<sup>2</sup>, уменьшается на 5 % при  $E_s = 3,7$  Дж/см<sup>2</sup>.

В поверхностном слое толщиной  $\sim 1500$  нм: независимо от плотности энергии в электронном пучке – уменьшается на 15 %.

Таким образом, можно сделать вывод, что в результате НСЭП-обработок вне зависимости от режима обработки, наблюдается общая тенденция к понижению степени восстановления отпечатка  $\eta$  примерно на 15 % в приповерхностных слоях на глубине до  $\sim 2$  мкм. По мере увеличения максимальной глубины проникновения индентора  $h_{max}$  (более 2 мкм) значения параметра  $\eta$  в образцах после НСЭП-обработки близки к значениям данного параметра в исходном образце.

## ВЫВОДЫ

В результате НСЭП-обработок поверхности TiNi сплава с различной плотностью энергии в электронном пучке  $E_s$  и постоянном числе импульсов воздействия  $n = 5$ , установлено, что:

1) закономерности образования кратерообразного рельефа на поверхности TiNi сплава определяются особенностями структуры прокатанных образцов и характером распределения мелкодисперсных частиц вторых и примесных фаз;

2) в результате НСЭП обработки при  $E_s = 1,1$  Дж/см<sup>2</sup> параметр средней шероховатости  $R_a^{ИИТ}$  уменьшается в 3 раза: от  $\sim 0,09$  мкм для исходного образца (до НСЭП-обработки) до  $\sim 0,03$  мкм, обеспечивая наибольшее выглаживание поверхности. При  $E_s$  равном 1.7, 2.7 и 3.7 Дж/см<sup>2</sup>,  $R_a^{ИИТ}$  составляет  $\sim 0,06$  мкм;

3) увеличение плотности энергии электронного пучка  $E_s$  не приводит к закономерному изменению прочностных и упруго-пластических параметров в модифицированном слое толщиной менее  $\sim 500$  нм. На глубине более  $\sim 2$  мкм значения параметров твёрдости  $H$ , модуля упругости  $E$  и характеристики пластичности  $\delta$  образцов TiNi после НСЭП-обработки близки к значениям для исходной TiNi-подложки;

4) в модифицированном поверхностном слое толщиной менее  $\sim 500$  нм функциональные свойства, а именно – способность к возврату накопленной неупругой деформации, ниже функциональных свойств TiNi-подложки не более, чем на 15 %, что является положительным результатом и даёт основание предполагать, что применение электронно-пучковой обработки поверхности образцов TiNi сплава не приведет к существенному ухудшению неупругих эффектов – ЭПФ-СЭ.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Хачин В.Н. Никелид титана: Структура и свойства / В.Н. Хачин, В.Г. Пушин, В.В. Кондратьев. – М.: Наука, 1992. – 160 с.
2. Корнилов И.И. Никелид титана и другие сплавы с эффектом «памяти» / И.И. Корнилов, О.К. Белоусов, Е.В. Качур – М.: «Наука», 1977. – 180 с.
3. Хунджуа А.Г. Эффект памяти формы и сверхупругость: учебное пособие / А.Г. Хунджуа – М.: Физический факультет МГУ, 2010. – 32 с.
4. Металлы и сплавы. Справочник. / Коллектив авторов. под ред. Ю.П. Солнцева. – СПб.: Профессионал, Мир и Семья, 2003. — 1066 с.
5. Kauffman G.B. The story of nitinol: the serendipitous discovery of the memory metal and its applications / G.B. Kauffman, I. Mayo // The chemical educator. – 1996. – Vol. 2, is. 2. – P. 1 – 21.
6. Сплавы с памятью формы / В.Э. Гюнтер [и др.]. – Томск: Издательство Томского университета, 1986. – 208 с.
7. Ооцука К. Сплавы с эффектом памяти формы / К. Ооцука, К. Симидзу, Ю. Судзуки. – М.: Металлургия, 1990. – 224 с.
8. Наноинженерия поверхности. Формирование неравновесных состояний в поверхностных слоях материалов методами электронно-ионно-плазменных технологий / А.И. Лотков [и др.]. – Новосибирск: Изд-во СО РАН, 2008. – 276 с.
9. Characterization of Inclusions in VIM/VAR NiTi Alloys / A. Coda [et al.]. // Journal of Materials Engineering and Performance. – 2012. – Vol. 21, is. 12. – P. 2572 – 2577.
10. Влияние числа импульсов воздействий электронным пучком на изменение физико-механических свойств поверхностного слоя никелида титана / С.Н. Мейснер [и др.]. // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2016. – Т. 59, №7/2. – С. 159 – 163.
11. Мейснер С.Н. Исследование физико-механических свойств и морфологии поверхности никелида титана после импульсных воздействий на поверхность сплава электронными пучками / С.Н. Мейснер, Ф.А. Дьяченко // Молодежь наука, технологии: новые идеи и перспективы. – Томск: Томский государственный архитектурно-строительный университет, 2016. – С. 309 – 312.
12. Мейснер С.Н. Исследование физико-механических свойств и структуры поверхностных слоёв сплавов на основе никелида титана, сформированных облучением низкоэнергетическим сильноточным электронным пучком / С.Н. Мейснер, Ф.А. Дьяченко // Молодежь наука, технологии: новые идеи и перспективы. – Томск: Томский государственный архитектурно-строительный университет, 2017. – С. 42 – 47.

13. Диаграммы состояния двойных металлических систем: справочник: в 3 т. / под ред. Н.П. Лякишева. – М.: Машиностроение, 2001. – Т.3. – Кн.1. – 872 с.
14. Никелид титана: медицинский материал нового поколения / В.Э. Гюнтер, [и др.]. – Томск : Изд-во МИЦ, 2006. – 296 с.
15. Сплавы никелида титана с памятью формы. Ч.I. Структура, фазовые превращения и свойства / В.Г. Пушин [и др.]; под ред. В.Г. Пушина. – Екатеринбург: УрОРАН, 2006. – 438 с.
16. Лободюк В.А. Мартенситные превращения / В.А. Лободюк, Э.И. Эстрин. – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2009. – 352 с.
17. Хунджуа А.Г. Мартенситные превращения в сплавах с эффектом памяти формы / А.Г. Хунджуа – М.: Физический факультет МГУ, 2010. – 44 с.
18. Лихачев В.А. Эффект памяти формы // Соросовский образовательный журнал. – 1997. – №3. – С. 107 – 114.
19. Лахтин Ю.М. Материаловедение / Ю.М. Лахтин, В.П. Леонтьева – М.: Машиностроение, 1990. – 528 с.
20. Зборщик А.М. Конспект лекций по дисциплине «Новые материалы в металлургии» / А.М. Зборщик. – Донецк: ГВУЗ «ДонНТУ», 2008. – 253 с.
21. Модификация поверхностных слоев металлических материалов низкоэнергетическими сильноточными электронными пучками / В.П. Ротштейн [и др.]. – Новосибирск, 2019. – 347 с.
22. Батраков А.В. Воздействие сильноточного электронного пучка на металлические материалы / А.В. Батраков, А.Б. Марков. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2008. – 24 с.
23. Модифицирование и легирование поверхности лазерными, М74 ионными и электронными пучками / под ред. Дж. М. Поута [и др.]. – М: Машиностроение, 1987. – 424 с.
24. Перспективные радиационно-пучковые технологии обработки материалов / В.А. Грибков [и др.]. – М.: Круглый год, 2001. – 527 с.
25. Surface structure and physicomechanical properties of NiTi exposed to electron beam and ion-plasma treatment / S. Meisner [et al.]. // AIP Conference Proceedings. – 2017. – Vol. 1909, is. 1. – article number 020134.
26. Microstructure and property modifications of an AISI H13 (4Cr5MoSiV) steel induced by pulsed electron beam treatment / K. Zhang [et al.]. // Journal of Vacuum Science & Technology. – 2010. – Vol. 28, is. 6. – article number 1349.
27. Characterization of High-current Pulsed Electron Beam Interaction with AISI 1045

Steel and the Microstructure Evolution / F. Yulei [et al.]. // *Procedia CIRP*. – 2018. – Vol. 68. – P. 196 – 199.

28. Improved in vitro corrosion resistance of a NiTi alloy by high current pulsed electron beam treatment / K.M. Zhang [et al.]. // *Surface and Coatings Technology*. – 2006. – Vol. 201, is. 6. – P. 3096 – 3102.

29. Surface modification of pure titanium by pulsed electron beam / X.D. Zhang [et al.]. // *Applied Surface Science*. – 2011. – Vol.257, is. 13. – P. 5899–5902.

30. ISO is easy / A.S. Useinov [et al.]. // *Nano industry*. – 2015. – Vol. 7. – P. 52 – 61.

31. Khokhlova Ju. Индентирование от макро- до нано и примеры исследования свойств материалов с особой структурой / Ju. Khokhlova, M. Khokhlov // *Paton Electric Welding Institute of NAS of Ukraine*. – 2017. – Vol. 1. – P. 30 – 36.

32. Головин Ю.И. Наноиндентирование и его возможности / Ю.И. Головин – М.: Машиностроение, 2009. – 313 с.

33. Oliver W.C. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology / W.C. Oliver, G.M. Pharr // *J. Mater. Res.* – 2004. – Vol. 19, is. 1. – P. 3 – 20.

34. Мильман Ю.В. К вопросу определения пластичности материалов методом индентирования / Ю.В. Мильман, С.И. Чугунова, И.В. Гончарова // *Электронная микроскопия и прочность материалов*. – 2008. – № 15. – С. 3 – 10.

35. Мильман Ю.В. Характеристика пластичности, определяемая методом индентирования / Ю.В. Мильман, С.И. Чугунова, И.В. Гончарова // *Вопросы атомной науки и техники*. – 2011. – № 4. – С. 182 – 187.

36. Мильман Ю.В. Пластичность, определяемая методом индентирования, и теоретическая пластичность материалов / Ю.В. Мильман, С.И. Чугунова, И.В. Гончарова // *Известия РАН. Серия физическая*. – 2009. – № 9. – С. 1282 – 1289.

37. Ni W. Recovery of microindents in a nickel–titanium shape-memory alloy: A “selfhealing” effect / W. Ni, Ya. Cheng, D. Grummon // *Applied Physics Letters*. – 2002. – Vol. 80. – No. 18. – P. 3310 – 3312.

38. Shape Recovery after Nanoindentation of NiTi Thin Films / W.C. Crone [et al.]. // *SEM Annual Conference Proceedings*. – 2003. – P. 1 – 6.

39. Different mechanical response of TiNi film induced by the shape of indenter during nanoindentation / Guanjun Pan [et al.]. // *Sensors and Actuators A: Physical*. – 2014. – Vol. 217. – P. 75 – 80.

40. Установка РИТМ-СП для формирования поверхностных сплавов / А.Б. Макаров [и др.] // *Приборы и техника эксперимента*. – 2011. – №6. – С. 122 –126.

41. *Материаловедение: Учеб. пособие / А.А. Аникин [и др.]. – Саратов: Саратовский государственный университет имени Н.Г. Чернышевского, 2015. – 90 с.*
42. *Микро- и макроструктура многокомпонентных материалов и структур на их основе: Учеб. Пособие / И.В. Маляр [и др.]. –Саратов: Саратовский государственный университет имени Н.Г. Чернышевского, 2014. – 41 с.*
43. *ГОСТ 2789–73, Шероховатость поверхности. Параметры и характеристики. – М: Стандартиформ, 2005. – 7 с.*
44. *Milman Yu. V. Plasticity characteristic obtained by indentation // Journal of Physics D: Applied Physics. – 2008. – Vol. 41. – 074013 (1 – 9).*
45. *Effect of nonmetallic and intermetallic inclusions on crater formation on the surface of TiNi alloys under the electron-beam impact / L.L. Meisner [et al.]. // Procedia Structural Integrity. –2016. – Vol. 2. – P. 1465 – 1472.*

# Отчет о проверке на заимствования №1



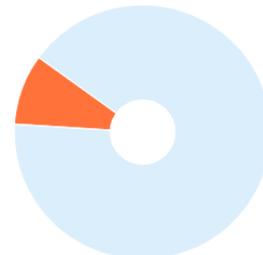
**Автор:** Атовуллаева Ася [sagittarius.a16@gmail.com](mailto:sagittarius.a16@gmail.com) / ID: 7956903  
**Проверяющий:** Атовуллаева Ася ([sagittarius.a16@gmail.com](mailto:sagittarius.a16@gmail.com) / ID: 7956903)  
 Отчет предоставлен сервисом «Антиплагиат»- <http://users.antiplagiat.ru>

## ИНФОРМАЦИЯ О ДОКУМЕНТЕ

№ документа: 1  
 Начало загрузки: 25.05.2020 18:41:02  
 Длительность загрузки: 00:00:02  
 Имя исходного файла: DEEP-лом.pdf  
 Название документа: ВКР  
 Размер текста: 1 кБ  
 Символов в тексте: 70407  
 Слов в тексте: 8464  
 Число предложений: 553

## ИНФОРМАЦИЯ ОБ ОТЧЕТЕ

Последний готовый отчет (ред.)  
 Начало проверки: 25.05.2020 18:41:05  
 Длительность проверки: 00:00:09  
 Корректировка от 25.05.2020 18:59:24  
 Комментарии: не указано  
 Модули поиска: Модуль поиска Интернет



### ЗАИМСТВОВАНИЯ

9%

### САМОЦИТИРОВАНИЯ

0%

### ЦИТИРОВАНИЯ

0%

### ОРИГИНАЛЬНОСТЬ

91%

Заимствования — доля всех найденных текстовых пересечений, за исключением тех, которые система отнесла к цитированиям, по отношению к общему объему документа.  
 Самоцитирования — доля фрагментов текста проверяемого документа, совпадающий или почти совпадающий с фрагментом текста источника, автором или соавтором которого является автор проверяемого документа, по отношению к общему объему документа.

Цитирования — доля текстовых пересечений, которые не являются авторскими, но система посчитала их использование корректным, по отношению к общему объему документа. Сюда относятся оформленные по ГОСТу цитаты; общепотребительные выражения; фрагменты текста, найденные в источниках из коллекций нормативно-правовой документации.

Текстовое пересечение — фрагмент текста проверяемого документа, совпадающий или почти совпадающий с фрагментом текста источника.

Источник — документ, проиндексированный в системе и содержащийся в модуле поиска, по которому проводится проверка.

Оригинальность — доля фрагментов текста проверяемого документа, не обнаруженных ни в одном источнике, по которым шла проверка, по отношению к общему объему документа.

Заимствования, самоцитирования, цитирования и оригинальность являются отдельными показателями и в сумме дают 100%, что соответствует всему тексту проверяемого документа.

Обращаем Ваше внимание, что система находит текстовые пересечения проверяемого документа с проиндексированными в системе текстовыми источниками. При этом система является вспомогательным инструментом, определение корректности и правомерности заимствований или цитирований, а также авторства текстовых фрагментов проверяемого документа остается в компетенции проверяющего.

№	Доля в отчете	Источник	Ссылка	Актуален на	Модуль поиска
[01]	2,24%	Сборник ВТСНТ-2019 (2/3)	<a href="http://portal.tpu.ru">http://portal.tpu.ru</a>	10 Дек 2019	Модуль поиска Интернет
[02]	1,12%	<a href="http://www.ispms.ru/files/Dissertacii_D038_1/Semin/Diss_Semin.pdf">http://www.ispms.ru/files/Dissertacii_D038_1/Semin/Diss_Semin.pdf</a>	<a href="http://ispms.ru">http://ispms.ru</a>	14 Сен 2018	Модуль поиска Интернет
[03]	0,9%	<a href="http://vital.lib.tsu.ru/vital/access/services/Download/vtls:000667978/SOURC...">http://vital.lib.tsu.ru/vital/access/services/Download/vtls:000667978/SOURC...</a>	<a href="http://vital.lib.tsu.ru">http://vital.lib.tsu.ru</a>	18 Ноя 2019	Модуль поиска Интернет

Еще источников: 17  
 Еще заимствований: 4,73%