

Оригинальная статья

УДК 669.295:669.017:620.1

DOI: 10.57070/2304-4497-2025-4(54)-91-102

**УСТАНОВЛЕНИЕ ВЛИЯНИЯ УМЗ СТРУКТУРЫ В СПЛАВЕ Ti – Nb НА
УСТАЛОСТНУЮ ПРОЧНОСТЬ**

© 2025 г. А. Ю. Ерошенко, И. А. Глухов, А. И. Толмачев, П. В. Уваркин, Ю. П. Шаркеев

Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук
(Россия, 634055, Томск, пр. Академический, 2/4)

Аннотация. Исследования, связанные с оценкой циклической долговечности разрабатываемых конструкционных материалов для медицины и техники, являются актуальной задачей. Одним из перспективных направлений медицинского материаловедения является разработка биосовместимых β -сплавов на основе титана с модулем Юнга, сопоставимым со значениями для кортикальной костной ткани (2 – 23 ГПа), в том числе и ультрамелкозернистых (УМЗ) сплавов. Закономерности усталостного разрушения для биосовместимых УМЗ титановых сплавов с низким модулем упругости для режимов много- и гигацикловой усталости мало исследованы и требуют детального анализа. Выполнено исследование особенностей разрушения биосовместимого сплава Ti – 45 мас. % Nb в УМЗ и крупнокристаллическом (КК) состоянии при проведении испытаний на гигацикловую усталость на ультразвуковой резонансной нагружающей машине Shimadzu USF-2000. УМЗ сплав получали комбинированным методом *abc*-прессования с многоходовой прокаткой. Установлено, что формирование многофазной УМЗ структуры в сплаве Ti – 45 мас. % Nb приводит к повышению предела усталости в 1,5 раза в сравнении с КК структурой. Методом электронной растровой и просвечивающей микроскопии исследована поверхность разрушения образцов сплава в УМЗ и КК состояниях в зонах зарождения и инициирования трещины. Установлено, что характер морфологии поверхности образцов после разрушения титана в КК и УМЗ состояниях подобный. Зоны зарождения и распространения трещины имеют макробороздчатое строение, состоящее из фасеток и ямочного микрорельефа. Показано, что в результате разрушения при гигациклических испытаниях в КК состоянии сплава Ti – 45 мас. % Nb сформировалась ячеисто-сетчатая дислокационная субструктура, а в УМЗ состоянии – фрагментированная субструктура.

Ключевые слова: сплав Ti – 45 мас. % Nb, ультрамелкозернистое состояние, усталостные испытания, излом, морфология поверхности разрушения, микроструктура

Благодарности. Исследования выполнены на оборудовании ЦКП «НАНОТЕХ» ИФПМ СО РАН» и ЦКП «Структура, механические и физические свойства материалов» НГТУ. Авторы выражают благодарность А.М. Майрамбековой, О.Б. Наймарку и М.В. Банникову за помощь в проведении ряда совместных экспериментов и предоставленную возможность за использование экспериментального оборудования.

Финансирование. Работа выполнена в рамках реализации мероприятий программы развития научного центра мирового уровня «Новые материалы специального назначения», соглашение о предоставлении субсидии № 075-15-2025-589 от 25.06.2025 г.

Для цитирования: Ерошенко А.Ю., Глухов И.А., Толмачев А.И., Уваркин П.В., Шаркеев Ю.П. Установление влияния УМЗ структуры в сплаве Ti – Nb на усталостную прочность. *Вестник Сибирского государственного индустриального университета*. 2025;4(54):91–102. [http://doi.org/10.57070/2304-4497-2025-4\(54\)-91-102](http://doi.org/10.57070/2304-4497-2025-4(54)-91-102)

Original article**DETERMINATION OF THE EFFECT OF THE UMP STRUCTURE IN Ti – Nb ALLOY ON FATIGUE STRENGTH**

© 2025 A. Yu. Eroshenko, I. A. Gluhov, A. I. Tolmachev, P. V. Uvarin, Yu. P. Sharkeev

Institute of Strength Physics and Materials Science of Siberian Branch Russian Academy of Sciences (Russia Federation, 634055, Tomsk, Akademicheskyy ave., 2/4)

Abstract. Research related to the assessment of the cyclic durability of the developed structural materials for medicine and technology is an urgent task. One of the promising areas of medical materials science is the development of biocompatible β -alloys based on titanium with a Young's modulus comparable to values for cortical bone tissue (2 – 23 GPa), including ultrafine-grained (UMZ) alloys. The patterns of fatigue failure for biocompatible UMS titanium alloys with low modulus of elasticity for multi- and gigacycle fatigue modes have been poorly studied and require detailed analysis. A study of the features of the destruction of a biocompatible Ti – 45 wt alloy has been performed. % Nb in the UMZ and coarse-crystalline (KK) state during gigacycle fatigue tests on the Shimadzu USF-2000 ultrasonic resonant loading machine. The UMZ alloy was obtained by the combined abcr-pressing method with multi-pass rolling. It has been established that the formation of a multiphase UMZ structure in the Ti – 45 wt alloy. % Nb leads to an increase in the fatigue limit by 1.5 times in comparison with the CC structure. The fracture surface of alloy samples in UMP and CC states in the nucleation and crack initiation zones was studied by electron scanning and transmission microscopy. It was established that the morphology of the surface of the samples after the destruction of titanium in the CC and UMZ states is similar. The nucleation and propagation zones of the crack have a macroburst structure consisting of facets and a dimpled microrelief. It is shown that as a result of the destruction during gigacyclic tests in the QC state of the Ti – 45 alloy by weight. % Nb has formed a cellular-mesh dislocation substructure, and in the UMZ state, a fragmented substructure.

Keywords: Ti – 45 wt % Nb alloy, ultrafine-grained state, fatigue testing, surface morphology, fracture surface, microstructure

Acknowledgements. The studies were conducted using equipment from the Nanotech Center for Collective Use at the Institute of Strength Physics and Materials (SB RAS) and the Structure, Mechanical, and Physical Properties of Materials Center for Collective Use at Novosibirsk State Technical University. The authors are grateful to A.M. Mairambekova, O.B. Naimark, and M.V. Bannikov for their assistance in conducting a number of joint experiments and for providing the opportunity to use the experimental equipment.

Funding. The work was carried out within the framework of the implementation of the activities of the program for the development of a world-class scientific center "New materials for special purposes", subsidy agreement No. 075-15-2025-589 dated June 25, 2025.

For citation: Eroshenko A.Yu., Glukhov I.A., Tolmachev A.I., Uvarin P.V., Sharkeev Yu.P. Determination of the effect of the UMP structure in Ti – Nb alloy on fatigue strength. *Bulletin of the Siberian State Industrial University*. 2025;4(54):91–102. (In Russ.). [http://doi.org/10.57070/2304-4497-2025-4\(54\)-91-102](http://doi.org/10.57070/2304-4497-2025-4(54)-91-102)

Введение

В настоящее время исследования, связанные с оценкой циклической долговечности новых разрабатываемых конструкционных материалов для различных практических приложений (для медицины и техники) является актуальной задачей. Благодаря невысокой удельной плотности, сравнительно высокому уровню прочности, усталостной и коррозионной стойкости, а также биосовместимости титан и легированные титановые сплавы являются перспективными материалами для производства имплантатов и меди-

цинских изделий [1]. В настоящее время одним из актуальных направлений развития медицинского материаловедения является разработка и модернизация β -сплавов на основе титана с модулем Юнга, сопоставимыми со значениями для кортикальной костной ткани (2 – 23 ГПа) [2]. Сплавы на основе титана, содержащие ниобий (40 – 45 мас. %), имеют стабилизированную β -фазу с ОЦК-кристаллической решеткой. Это приводит к понижению температуры мартенситного превращения [3; 4] и снижению модуля упругости до 57 – 60 ГПа [5]. Существенная

разница упругих модулей внедряемого имплантата и кости, с которой он контактирует, приводит к перераспределению механической нагрузки на границе костная ткань – металлический имплантат (эффект экранирования напряжений), что приводит к разрушению костной ткани, окружающей имплантат. Сплавы Ti – Nb с 40 – 45 мас. % ниобия применяются в медицине не активно, так как им свойственны не слишком высокая прочность, циклическая долговечность и другое. Известно, что нелегированный титан в зависимости от его чистоты обладает пределом текучести $\sigma_{0,2}$ 170 – 485 МПа и пределом прочности σ_b 240 – 550 МПа. Для сплава системы Ti – Nb, содержащего 45 мас. % ниобия, значения $\sigma_{0,2}$ и σ_b составляют 438 и 527 МПа [2], что значительно ниже уровня механических свойств широко применяемых сплавов (Ti – 6Al – 4V; Ti – 6Al – 4V ELi; Ti – 6Al – 7Nb) в медицине [6]. Кроме того, сплавы Ti – 6Al – 4V и Ti – 6Al – 7Nb содержат токсичные для организма элементы (алюминий и ванадий). В настоящее время активно применяются различные методы интенсивной пластической деформации (ИПД), которые позволяют преобразовать крупнокристаллическое (КК) состояние зеренной структуры в ультрамелкозернистую (УМЗ), что приводит к заметному росту конструктивной прочности сплавов без дополнительного легирования элементами [7], которые в большинстве случаев являются токсичными.

Отмечается значительный рост предела циклической выносливости металлов и сплавов при их переходе в УМЗ состояние как при испытаниях на малоцикловую усталость [8; 9], так и для испытаний на многоцикловую и гигацикловую усталость [10; 11]. В работе [12] отмечен значительный рост предела циклической прочности от 500 до 710 МПа для титанового сплава Ti – 15Mo за счет существенного измельчения зерна основной β -фазы и вторых фаз. УМЗ сплав Ti – 15Mo продемонстрировал наибольшую стойкость к многоцикловой усталости и характеризовался большей площадью развития усталостного разрушения в образце и высокой шероховатостью рельефа и наличием вторичных трещин вдоль усталостных бороздок.

Титановые сплавы Ti45Nb [13] и Ti6Al4V [14; 15] имеют повышенный предел выносливости в области многоцикловой и гигацикловой усталости по сравнению с аналогичными КК сплавами. Для практического применения изделий из УМЗ сплавов требуется глубокое изучение процессов пластической деформации и разрушения, имеющих место при различных видах нагружения материала. Механизмы и закономерности усталостного разрушения для биосовместимых

сплавов с низким модулем упругости, в частности для титанового сплава, легированного 45 мас. % ниобия, для много- и гигацикловой усталости мало исследованы и требуют детального анализа. В отличие от КК состояний УМЗ металлы и сплавы обладают такими особенностями, как характерный размер зеренной структуры вплоть до нанометрового масштаба, преобладание большеугловых границ, высокая плотность дислокационных субграниц и дефектов деформации в структуре, обуславливающих присутствие значительных внутренних напряжений [16; 17]. При термомеханическом воздействии в сплавах Ti – Nb в зависимости от концентрации ниобия могут происходить различные фазовые переходы, которые в значительной степени оказывают влияние на процессы циклического нагружения. Это определяет уровень прочности и циклической долговечности сплавов, а также эксплуатационные характеристики конкретного изделия. В связи с этим актуальными являются работы, посвященные определению усталостной прочности и выявлению закономерностей разрушения биоинертных УМЗ титан-ниобиевых сплавов в процессе гигациклового нагружения.

Целью настоящей работы является установление закономерностей разрушения в гигацикловом режиме нагружения УМЗ низко модульного титан-ниобиевого сплава, содержащего 45 мас. % ниобия.

Методы и принципы исследования

В качестве материала для исследования выбран сплав состава Ti – 45 мас. % Nb (Ti – 45Nb) в УМЗ и КК состояниях. Сплав имел следующий состав, мас. %: 55,32 Ti; 44,46 Nb; менее 0,105 Cr; менее 0,055 Fe; менее 0,057 C; менее 0,01 W. Заготовки в форме прутков сплава Ti – 45Nb были приобретены на заводе-изготовителе (ОАО «Чепецкий механический завод», г. Глазов, Россия). В состоянии поставки средний размер зерна сплава составил 25 мкм. Из прутков были вырезаны заготовки, которые подвергали пластическому деформированию комбинированным двухэтапным методом ИПД для формирования УМЗ структуры. Метод ИПД включал свободное многократное *abc*-прессование с последующей многоходовой прокаткой в ручьевых валках. С целью повышения пластичности заготовки сплава процесс отжига проводили при температуре 350 °C на воздухе в течение 1 ч. Полное описание применяемого метода ИПД приведено в работе [11].

Для получения из состояния поставки КК структуру заготовки сплава Ti – 45Nb в УМЗ состоянии отжигали в защитной атмосфере аргона

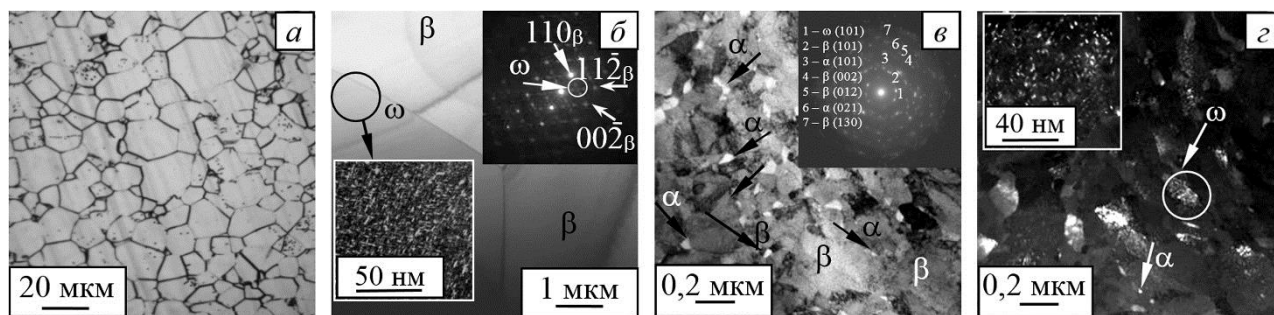


Рис. 1. Оптическое (а), светлопольные ПЭМ (б, в) с соответствующими микродифракциями и темнопольное (г) изображения микроструктуры сплава Ti – 45Nb в КК (а, б) и УМЗ (в, г) состояниях; стрелками показаны рефлексы от идентифицированных фаз α , β , ω

Fig. 1. Optical (a) and bright-field TEM (b, e) images with corresponding microdiffraction patterns and dark-field image (g) of the microstructure of Ti – 45Nb alloy in the CG (a, b) and UFG (e, g) states; arrows indicate reflections from the identified phases α , β , γ

в течение 1 ч при температуре 800 °С. Такая термическая обработка привела к увеличению среднего размера зеренной структуры до 45 мкм.

Выявление особенностей трансформации микроструктуры и фазового состава осуществляли методами оптической (Axio Observer, Carl Zeiss), просвечивающей растровой (LEO EVO 50, Carl Zeiss) и электронной (JEM 2100, JEOL) микроскопии. В качестве количественной размерной характеристики структуры был выбран средний размер структурных элементов (зерна, субзерна, фрагменты). Оценка этого параметра была выполнена с применением метода секущей [18].

Для испытаний на гигацикловую усталость из заготовок исследуемого сплава Ti – 45Nb в двух различных структурных состояниях изготавливали цилиндрические образцы в форме песочных часов. Испытания гигацикловой усталости выполняли на ультразвуковой резонансной нагружающей машине (Shimadzu USF-2000). Коэффициент асимметрии цикла составлял $R(\sigma_{\min}/\sigma_{\max}) = -1$, а выбранная частота циклических колебаний – 20 кГц [13; 15]. Для проведения испытаний был использован резонансный режим работы ультразвуковой системы. Следует отметить, что в центре исследуемого образца был локализован максимум стоячей волны напряжения, в то время как на торцевую часть объекта исследования приходились максимумы волны смещения [19]. В ходе эксперимента использовали воздушное охлаждение, так как при усталостных гигацикловых испытаниях происходит нагрев образцов до температур 200 – 400 °С и выше, что влечет за собой изменение их упругих свойств и выход системы из резонанса.

Обсуждение результатов

На рис. 1 приведены ПЭМ изображения микроструктуры сплава Ti – 45Nb в КК и УМЗ состояниях. КК состояние сплава визуализируется в виде крупных зерен матричной β -фазы и заметного количества частиц ω -фазы нанометрового

размера с эллипсоидальной формой (рис. 1, а, б). Основная β -фаза показала высокоинтенсивные рефлексы на микродифракционных картинах (рис. 1, б). Помимо них на изображениях микродифракции были заметны слабоинтенсивные рефлексы от частиц ω -фазы. На рис. 1, б стрелкой указан рефлекс ω -фазы, выбранный для формирования изображения в режиме темного поля. Наноразмерные частицы ω -фазы не имеют участков локализации, а равномерно распределены в объеме зерна основной β -фазы. При этом следует отметить, что средний размер распределенных наночастиц был равен 0,015 мкм, в то время как основная β -фаза была представлена зернами со средним размером 45 мкм.

Вследствие ИПД в сплаве Ti – 45Nb сформировалась УМЗ зеренно-субзеренная микроструктура (рис. 1, в, г). ПЭМ-изображения, полученные в режимах как светлого, так и темного поля, показали наличие контуров экстинкции на границах и внутри элементов структуры (фрагментов и субзерен). Большая часть β -субзерен имеют неравноосную форму и вытянуты вдоль направления прокатки. В объеме β -субзерен присутствуют частицы ω -фазы (рис. 1, г). Азимутальное размытие рефлексов на микродифракциях свидетельствует о высоких внутренних остаточных напряжениях в сплаве, образцы которого подвергли ИПД. На микродифракциях рефлексы являются точечными (рис. 1, в) и расположены по концентрическим окружностям. Подобное поведение является следствием присутствия больше- и малоугловых разориентаций по границам элементов структуры (зерен и субзерен). На микродифракциях исследуемого УМЗ сплава зафиксированы рефлексы как от β -фазы, которая характеризуется ОЦК решеткой, так и от α -фазы, кристаллическая решетка которой относится к гексагональной сингонии с плотной упаковкой атомов, а также от ω -фазы, обладающей гексагональной решеткой. Особого внимания заслуживает тот факт, что наиболее интен-

сивными на микродифракционных картинах являются рефлексы, относящиеся к β -фазе, в то время как интенсивность рефлексов от α - и ω -фаз снижая. Благодаря возможностям микро-рентгеноспектрального анализа было выявлено, что субзерна β - и α -фаз содержали различные концентрации ниобия. В субзернах основной β -фазы его содержание достигало 42 мас. %, что близко к соотношению компонентов в исходном состоянии. При этом было отмечено, что концентрация ниобия в субзернах α -фазы не превышала 10 мас. %. Средний размер структурных элементов β -фазы равен 0,28 мкм, а α -фазы и ω -фазы – 0,05 мкм и 0,01 мкм.

Результаты испытаний на усталость, выполненных для сплава Ti – 45Nb в КК и УМЗ состояниях (стрелками обозначены образцы, которые не были разрушены во время испытаний), представлены на рис. 2. Наиболее очевидным результатом проведенного эксперимента является то, что УМЗ сплав проявляет большую усталостную прочность, чем КК сплав при проведении испытаний на гигацикловую усталость.

При сравнении испытаний на этапе 10^6 циклов видно, что предел выносливости сплава в КК состоянии, составляющий 280 МПа, в 1,3 раза ниже, чем для УМЗ-сплава, для которого эта величина составляет 380 МПа. При увеличении количества циклов испытаний до 10^7 образцы сплава в КК состоянии разрушились при амплитуде напряжения в 230 МПа, в то время как образцы в УМЗ состоянии испытывались при амплитуде напряжений, достигающей 300 МПа,

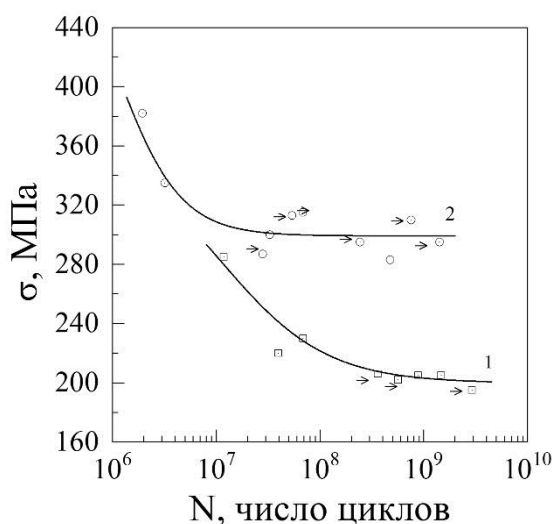


Рис. 2. Зависимость количества циклов от амплитуды напряжения при гигацикловом разрушении сплава Ti – 45Nb:

1 – КК состояние; 2 – УМЗ состояние

Fig. 2. Dependence of the number of cycles on the stress amplitude during gigacycle fracture of the Ti – 45Nb alloy:
1 – CG state; 2 – UFG state

но так и не были разрушены. Увеличение количества циклов до 10^9 показало, что образцы сплава в КК состоянии обладали пределом выносливости, равным 195 МПа, что в 1,5 раза ниже предела выносливости (295 МПа) для УМЗ образцов.

В настоящей работе был проведен сравнительный анализ микрорельефа изломов образцов после гигацикловых испытаний. У части образцов, которые имели трещину в рабочей части, поверхности излома были «вскрыты» принудительно динамическим долотом. Для этого образцы предварительно охлаждали в жидком азоте до температуры $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ и затем были сломаны.

На поверхности разрушения всех усталостных изломов выделяются следующие типичные зоны: зарождения или инициирования трещины (I); распространения трещины (II); долома (III). Трещина зарождалась около боковой поверхности с последующим ее распространением в центр образца.

Поверхность излома образцов сплава в КК и УМЗ состояниях после проведения циклических испытаний изучали при помощи оптического микроскопа (рис. 3 а, б). Обычно в условиях гигацикловой усталости при количестве циклов 10^8 и более на поверхности разрушения образцов формируется локальная область с сильно фрагментированной структурой, так называемый «рыбий глаз». Центр этой области и является очагом разрушения [20; 21]. В результате усталостного разрушения в условиях циклического нагружения накопление повреждений в металле связано с микропластическими деформациями [20], которые влияют на характер разрушения [22]. Усталостная локализация деформации приводит к зарождению и развитию трещин в подповерхностной области, а не в центральной как для более пластичных металлов и сплавов.

Типичную область «рыбий глаз» в исследуемом сплаве в УМЗ и КК состояниях не наблюдали. Для КК и УМЗ образцов очаг разрушения был сформирован рядом с поверхностью. Концентраторами разрушения в материале в первую очередь являются его внутренние дефекты (поры, границы раздела фаз), а также различные включения. На РЭМ-изображениях изломов образцов для УМЗ и КК состояний сплава после циклических испытаний видно, что очаг разрушения формируется не в центральной области образца по типу «рыбий глаз», а вблизи поверхности. Эта приповерхностная область и соответствует зоне зарождения трещины.

Для образцов сплава в КК состоянии микрорельеф излома имеет шероховатую поверхность (рис. 4). На поверхности излома в зоне зарождения (инициирования) трещины для КК образца

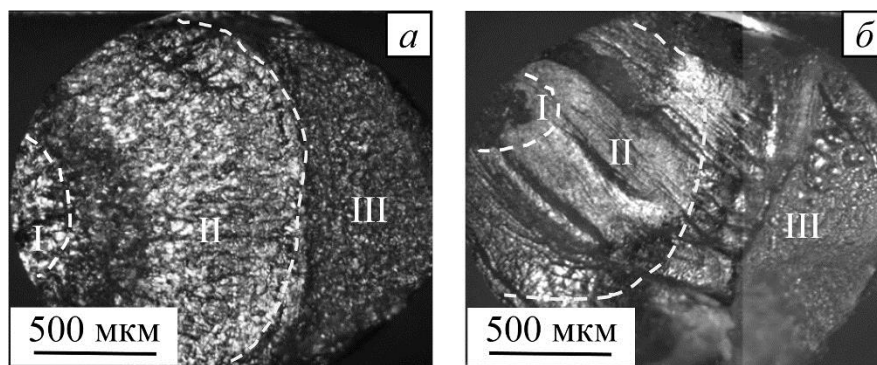


Рис. 3. Оптические изображения изломов сплава Ti – 45Nb в КК (а) и УМЗ (б) состояниях:
 I – зона зарождения трещины; II – зона распространения трещины; III – зона долома
 Fig. 3. Optical images of fractures of Ti–45Nb alloy in the CG (a) and UFG (б) states:
 I – crack initiation zone; II – crack propagation zone; III – fracture zone

(рис. 4, а, б) наблюдается фасетная структура с выступами. Отметим, что при приложенном напряжении 205 МПа образцы разрушились при $5,6 \cdot 10^9$ циклах. В зоне I формируются плоские фрагменты размером 10 – 70 мкм и язычки отрыва. В основном поверхность разрушения представлена фасетками и сколами. На поверхности излома формируются плоские фрагменты и ямки, а также присутствуют микропоры и усталостные бороздки. Средний размер ямок в зоне зарождения трещины составил 4,2 мкм. В зоне II (зона распространения трещины) наблюдается формирование язычков отрыва, вторич-

ных трещин и микропор со средним размером 8,7 мкм. В зоне распространения трещины в локальных областях происходит накопление дефектных структур (рис. 4, в, г). В крупных фрагментах развиваются усталостные бороздки и трещины. В зоне III микрорельеф представлен ямками и фрагментами (рис. 4, д, е).

После разрушения образцов сплава Ti – 45Nb в УМЗ состоянии для поверхности излома снимали РЭМ-изображения (рис. 5). В процессе усталостных испытаний образцы разрушились при напряжении 295 МПа на $2,4 \cdot 10^8$ циклах. Фасетная структура наблюдалась в УМЗ сплаве в

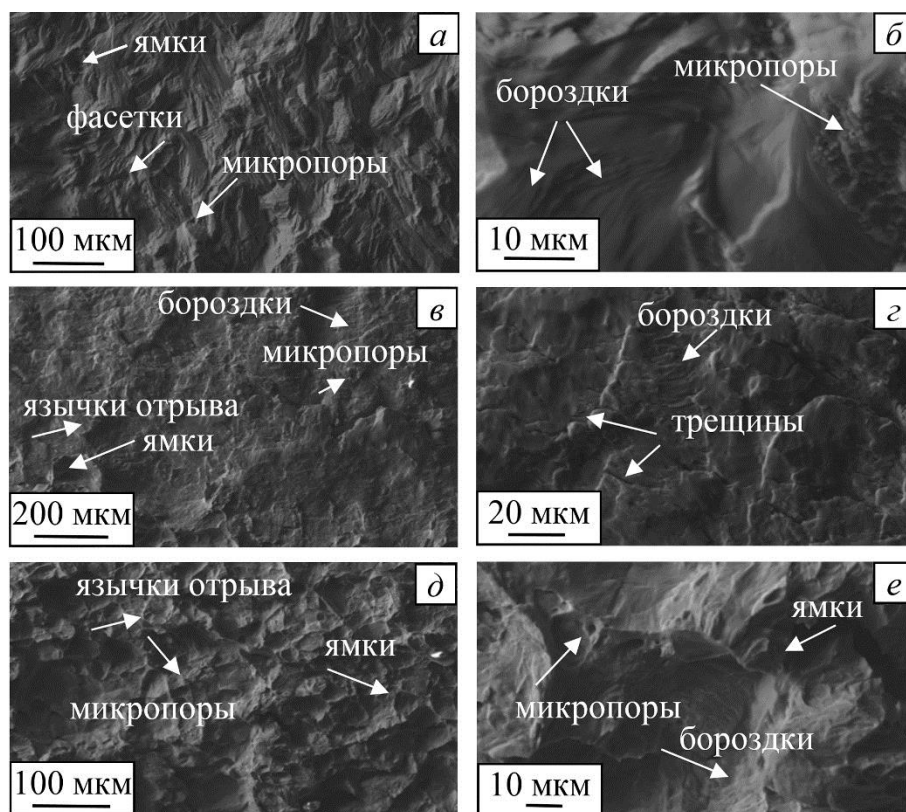


Рис. 4. РЭМ изображения излома сплава Ti – 45Nb в КК состоянии после гигациклических испытаний:
 а, б – зона зарождения трещины; в, г – зона распространения трещины; д, е – зона долома
 Fig. 4. SEM images of the fracture of the Ti– 45Nb alloy in the CG state after gigacyclic tests:
 а, б – crack initiation zone; в, г – crack propagation zone; д, е – fracture zone

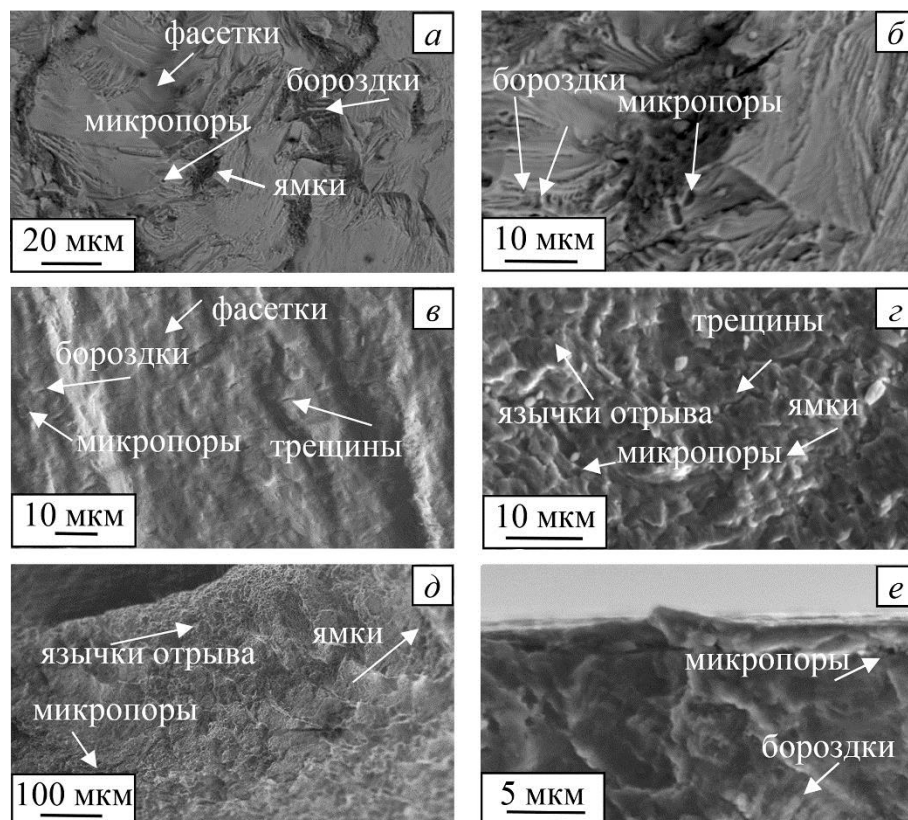


Рис. 5. РЭМ-изображения изломов образцов сплава Ti – 45Nb в УМЗ состоянии после гигациклических испытаний:

а, б – зона зарождения трещины; *в, г* – зона распространения трещины; *д, е* – зона долома

Fig. 5. SEM images of fractures of Ti – 45 Nb alloy samples in the UFG state after gigacyclic testing:

а, б – crack initiation zone; *в, г* – crack propagation zone; *д, е* – fracture zone

зоне *I* (зарождения трещины). На поверхности излома присутствуют отдельные участки с ярко-выраженными плоскими язычками отрыва и ямки. Их наличие указывает на квазихрупкий характер разрушения образцов исследуемого сплава в УМЗ состоянии. Аналогично вели себя КК образцы. На поверхности их разрушения отчетливо наблюдали фрагменты со средним размером, значительно меньшим, чем в КК образцах (рис. 5, *а, б*). Размеры фрагментов варьируются в интервале 2 – 10 мкм. На поверхности излома в зоне *II* присутствуют усталостные бороздки, многочисленные микропоры и вторичные трещины. Локально встречаются участки с преобладанием ямочного микрорельефа (рис. 5, *в, г*). Средний размер ямок в зоне зарождения трещины составил 5,7 мкм, а в зоне распространения трещины – 9,5 мкм. В зоне *III* поверхность излома имеет смешанное строение, видны ямки, крупные фрагменты, язычки отрыва и сколы (рис. 5, *д, е*).

Разрушение УМЗ сплава, как и КК при циклических испытаниях имеет преимущественно квазихрупкий характер. Морфология изломов образцов в КК и УМЗ состояниях после гигацикловых усталостных испытаний в зонах зарождения и распространения трещины подобная.

Микроструктуру образцов исследуемого сплава Ti – 45Nb в области разрушения образца

можно видеть на ПЭМ-изображениях (рис. 6, *а, б*). Для ПЭМ исследований тонкие фольги были вырезаны из центральной части поперечного сечения образцов, максимально близко к поверхности разрушения. КК состояние сплава с точки зрения тонкой микроструктуры вблизи зоны разрушения характеризуется высокой плотностью дислокаций. В объеме β -зерен наблюдается развитая ячеисто-сетчатая дислокационная субструктура. Границы являются размытыми, для них характерны большеугловые разориентировки. В отдельных областях около границ зерен появляются новые границы, которые формируют области с разориентированной сетчато-ячеистой субструктурой с нанометровыми ячейками (рис. 6, *а*) и с многомерными дискретными и непрерывными разориентировками (рис. 6, *б*).

Вблизи зоны разрушения микроструктура УМЗ сплава носит фрагментированный характер (рис. 6, *в, г*) с мало- и большеугловыми разориентировками границ также, как и в исходном УМЗ состоянии. В микроструктуре ярко выражено наличие матричных β -субзерен, а также наблюдаются зерна α -фазы. Следует отметить, что α -фаза расположена по границам и в стыках β -субзерен в виде строчек. Внутри β -субзерен присутствовали выделения частиц ω -фазы. Сле-

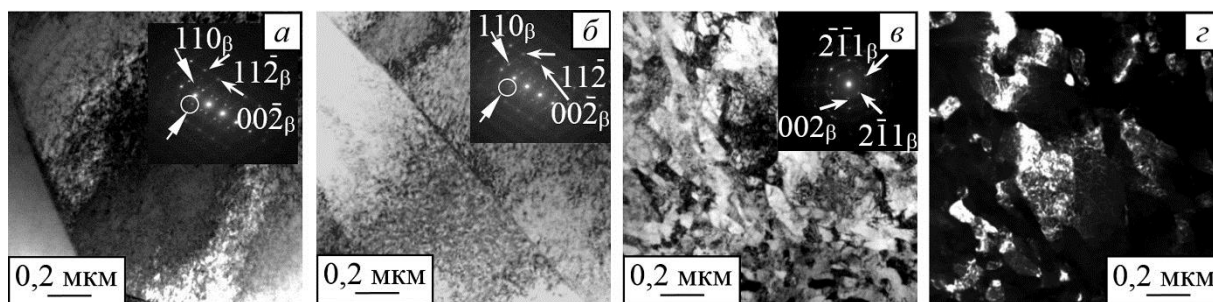


Рис. 6. Светлопольные с соответствующими микродифракциями ($a - e$) и темнопольное (z) изображения микроструктуры Ti – 45Nb в КК (a, b) и УМЗ (c, z) состояниях в зоне разрушения; стрелками показаны рефлексы от идентифицированных фаз и сами фазы:

a, b – ячеисто-сетчатая дислокационная субструктура; c, z – фрагментированная субструктура
Fig. 6. Bright-field images with corresponding microdiffraction patterns ($a - e$) and dark-field (z) images of the Ti – 45Nb microstructure in the CG (a, b) and UFG (c, z) states near the fracture point; arrows indicate reflections from the identified phases and the phases themselves:

a, b – cellular-network dislocation substructure; c, z – fragmented substructure

дует обратить внимание на тот факт, что последствием разрушения исследуемых образцов стало измельчение элементов зеренно-субзеренной структуры и ее дальнейшая фрагментация. До разрушения β -субзерна обладали средним размером 0,28 мкм, а следствием разрушения стало его уменьшение до 0,18 мкм.

Отметим, что большая часть субзерен и фрагментов зерен становятся более равноосными по сравнению с исходным УМЗ состоянием сплава, сформированным при ИПД. Наряду с характерными более крупными фрагментами с размерами в интервале 0,3 – 0,4 мкм появляются более мелкие структурные субзерна равноосной формы с размерами в интервале 0,1 – 0,2 мкм. Однако в отличие от исходных состояний до циклического нагружения более крупные субзерна характеризуются более несовершенными субграницами, в которых отдельные ячейки или их группы разориентированы. Такая структура в поликристаллических материалах появляется вследствие искривления кристаллической решетки в результате накопления избыточной плотности дислокаций и появления локальных дальнедействующих полей напряжений в процессе деформации [7; 17; 18]. Следует уточнить, что субзерна малого размера характеризуются невысокой плотностью дислокаций, в свя-

зи с чем становится возможным формирование внутризеренных дислокационных субструктур. Когда речь идет о циклических деформациях, важную роль в процессе аннигиляции дислокаций начинают играть границы зерен [23; 24]. Так как в материалах с УМЗ структурой размер зерна достаточно мал, а также в силу высокой плотности дислокаций в структуре и наличия высоких полей упругих напряжений движение новых дислокаций сильно затруднено [7; 25]. В связи с этим при уменьшении размера зерна существенно растут величина предела выносливости и напряжение течения, которое требуется для развития микропластической деформации [26; 27].

Опираясь на комплекс вышеописанных данных, предложена классификация структур, формирование которых происходит при циклическом нагружении сплава Ti – 45Nb в КК и УМЗ состояниях (см. таблицу).

Анализ и сопоставление данных для полученных изображений поверхностей разрушения, образовавшихся в результате многоцикловых усталостных испытаний образцов сплава Ti – 45Nb, показал, что сформированная в сплаве УМЗ структура в зонах зарождения и распространения трещины практически не оказывает влияние на строение излома. Характер разрушения поверх-

Типы структур в зоне разрушения сплава Ti – 45Nb в КК и УМЗ состояниях при циклическом разрушении
Types of structures in the fracture zone of Ti – 45Nb alloy in CC and UFG states during cyclic fracture

Структурное состояние	Типы структуры после разрушения		
	РЭМ зоны		ПЭМ
	зарождения трещины	распространения трещины	поперечный излом
КК	фасетки, язычки отрыва, сколы, ямки	фасетки, язычки отрыва, ямочный микрорельеф	ячеисто-сетчатая дислокационная субструктура
УМЗ	фасетки, язычки отрыва, сколы, ямки	фасетки, язычки отрыва, ямочный микрорельеф	фрагментированная субструктура

ности образцов титана в КК и УМЗ состоянии подобный, поверхность имеет макробороздчатое строение с фасетками и ямочным микрорельефом. В процессе циклического нагружения исследуемого сплава отмечается, что в КК состоянии происходит формирование ячеисто-сетчатой дислокационной субструктуры, а в УМЗ состоянии образуется дисперсная фрагментированная субструктура.

Выводы

Установлено влияние УМЗ структуры в сплаве Ti – 45Nb на усталостную прочность при циклическом гигацикловом нагружении. Показано, что формирование УМЗ многофазной структуры в сплаве комбинированным методом ИПД, сочетающим *abc*-прессование и многоходовую прокатку, сопровождается увеличением предела усталости до 295 МПа, что в 1,5 раза выше предела усталости (195 МПа) для КК сплава в гигацикловой области.

Показано, что поверхности разрушения исследованного сплава Ti – 45Nb в КК и УМЗ состояниях после гигациклических нагружений имеют аналогичный характер. Поверхность излома имеет макробороздчатое строение, в которой присутствуют фасетки с вязким ямочным мегарельефом, что говорит о квазихрупком разрушении.

Установлено, что при гигацикловой усталости в процессе разрушения образцов сплава Ti – 45Nb в КК состоянии формируется ячеисто-сетчатая дислокационная субструктура, а в УМЗ состоянии – фрагментированная.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Baltatu M.S., Vizureanu P., Sandu A.V., Solcan C., Hritcu L.D., Spataru M.C. Research progress of titanium-based alloys for medical devices. *Biomedicines*. 2023;11:2997. <https://doi.org/10.3390/biomedicines11112997>
2. Abd-Elaziem W., Darwish M.A., Hamada A., Daoush W.M. Titanium-based alloys and composites for orthopedic implants applications: a comprehensive review. *Materials & Design*. 2024;241:112850. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2024.112850>
3. Sun B., Sun K., Meng X., Wang J. Size effect on the martensitic transformation of Ti – Nb shape memory alloy. *Intermetallics*. 2022;145:107562. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2022.107562>
4. Bignona M., Bertrand E., Rivera-Díaz-del-Castillo P.E.J., Tancrét F. Martensite formation in titanium alloys: crystallographic and compositional effects. *Journal of Alloys and Compounds*. 2021;872:159636. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.159636>
5. Liu K.Y., Yin L.X., Lin X., Liang S.X. Development of low elastic modulus titanium alloys as implant biomaterials. *Recent Progress in Materials*. 2022;4(2). <https://doi.org/10.21926/rpm.2202008>
6. Marin E., Lanzutti A. Biomedical applications of titanium alloys: a comprehensive review. *Materials*. 2024;17:114. <https://doi.org/10.3390/ma17010114>
7. Valiev R.Z., Alexandrov I.V., Kawasaki M., Langdon T.G. *Ultrafine-grained materials*. Cham: Springer International Publishing; 2024:451. <https://doi.org/10.1007/978-3-031-31729-3>
8. Picak S., Wegener T., Sajadifar S.V., Sobrero C. On the low-cycle fatigue response of CoCrNiFeMn high entropy alloy with ultra-fine grain structure. *Acta Materialia*. 2021;205:116540. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.116540>
9. Du B., Sheng L., Cui C., Hu Z., Sun X. Effects of grain refinement on the low-cycle fatigue behavior of IN792 superalloys. *Crystals*. 2021;11:892. <https://doi.org/10.3390/cryst11080892>
10. Ledon D.R., Bannikov M.V., Oborin V.A., Bayandin Yu.V., Naimark O.B. Prediction of the fatigue life of VT1-0 titanium in various structural states under very high cycle fatigue. *Letters on Materials*. 2021;11(4):422–426. <https://doi.org/10.22226/2410-3535-2021-4-422-426>
11. Sharkeev Yu., Eroshenko A., Legostaeva E., Kovalevskaya Z., Belyavskaya O., Khimich M., Epple M., Prymak O., Sokolova V., Zhu Q., Sun Z., Zhang H. Development of ultrafine-grained and nanostructured bioinert alloys based on titanium, zirconium and niobium and their microstructure, mechanical and biological properties. *Metals*. 2022;12(7):1136. <https://doi.org/10.3390/met12071136>
12. Gatina S., Polyakova V., Modina Yu.M., Semenova I.P. Fatigue behavior and fracture features of Ti-15Mo alloy in β -, ($\alpha+\beta$)-, and ultrafine-grained two-phase states. *Metals*. 2023;13:580. <https://doi.org/10.3390/met13030580>
13. Naydenkin E., Mishin I.P., Ratochka I.V., Oborin V. Fatigue and fracture behavior of ultrafine-grained near β titanium alloy produced by radial shear rolling and subsequent aging. *Materials Science and Engineering A*. 2021;810:140968. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.140968>
14. Bannikov M., Oborin V., Bilalov D.A., Naimark O.B. Nonlinear dynamics and stages of damage of

- Ti6Al4V and Ti45Nb titanium alloys in very high cycle fatigue. *PNRPU Mechanics Bulletin*. 2020;2:145–153.
<https://doi.org/10.15593/perm.mech/2020.2.12>
15. Oborin V., Bayandin Yu., Bannikov M., Savinykh A.S. Prediction of titanium alloy Ti-6Al-4V lifetime under consecutive shock-wave and gigacycle fatigue loads. *Procedia Structural Integrity*. 2021;32:152–157.
<https://doi.org/10.1016/j.prostr.2021.09.022>
 16. Edalati K., Bachmaier A., Beloshenko V.A. et al. Nanomaterials by severe plastic deformation: review of historical developments and recent advances. *Materials Research Letters*. 2022;10(4):163–256.
<https://doi.org/10.1080/21663831.2022.2029779>
 17. Glezer A.M., Kozlov E.V., Koneva N.A., Popova N.A., Kurzina I.A. *Plastic deformation of nanostructured materials*. Boca Raton: CRC Press; 2017:334.
 18. ASTM E1382-97. Standard test methods for determining average grain size using semiautomatic and automatic image analysis. West Conshohocken, PA: ASTM International; 2016:24.
 19. Naimark O., Bayandin Yu., Uvarov S. Critical dynamics of damage-failure transition in wide range of load intensity. *Acta Mechanica*. 2021;232(4):1329–1345.
<https://doi.org/10.1007/s00707-020-02922-1>
 20. Naimark O., Oborin V., Bannikov M., Ledon D. Critical dynamics of defects and mechanisms of damage-failure transitions in fatigue. *Materials*. 2021;14(10):2554.
<https://doi.org/10.3390/ma14102554>
 21. Mahmood A., Sun C., Lashari M.I., Li W. Microstructure-based interior cracking behavior of $\alpha + \beta$ titanium alloy under two stress ratios and intermediate temperature in the very high-cycle fatigue regime. *Journal of Materials Science*. 2024;59(27):1–20.
<https://doi.org/10.1007/s10853-024-09892-y>
 22. Klevtsov G.V., Valiev R.Z., Klevtsova N.A., Tyurkov M.N., Pigaleva I.N., Aksenov D.A. Fracture kinetics and mechanisms of ultrafine-grained materials during fatigue tests in the low-cycle fatigue region. *Metals*. 2023;13:709.
<https://doi.org/10.3390/met13040709>
 23. Shanyavskiy A.A., Soldatenkov A.P. Metallic materials fatigue behavior: scale levels and ranges of transition between them. *International Journal of Fatigue*. 2022;158:106773.
<https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2022.106773>
 24. Pan X., Xu S., Nikitin A., Shanyavskiy A. Crack initiation induced nanograins and facets of a titanium alloy with lamellar and equiaxed microstructure in very-high-cycle fatigue. *Materials Letters*. 2023;357:135769.
<https://doi.org/10.1016/j.matlet.2023.135769>
 25. Рыбин В.В. *Большие пластические деформации и разрушение металлов*. Москва: Металлургия, 1986:224.
 26. Avateffazeli M., Webster G., Tahmasbi K., Haghshenas M. Very high cycle fatigue at elevated temperatures: a review on high temperature ultrasonic fatigue. *Journal of Space Safety Engineering*. 2022;9(6).
<https://doi.org/10.1016/j.jsse.2022.07.006>
 27. Shanyavskiy A.A., Nikitin A.D., Palin-Luc T. Very high cycle fatigue of D16T aluminum alloy. *Physical Mesomechanics*. 2021;24(1):122–129.
<https://doi.org/10.1134/S1029959921010112>

REFERENCES

1. Baltatu M.S., Vizureanu P., Sandu A.V., Solcan C., Hritcu L.D., Spataru M.C. Research progress of titanium-based alloys for medical devices. *Biomedicines*. 2023;11:2997.
<https://doi.org/10.3390/biomedicines11112997>
2. Abd-Elaziem W., Darwish M.A., Hamada A., Daoush W.M. Titanium-based alloys and composites for orthopedic implants applications: a comprehensive review. *Materials & Design*. 2024;241:112850.
<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2024.112850>
3. Sun B., Sun K., Meng X., Wang J. Size effect on the martensitic transformation of Ti – Nb shape memory alloy. *Intermetallics*. 2022;145:107562.
<https://doi.org/10.1016/j.intermet.2022.107562>
4. Bignona M., Bertrand E., Rivera-Díaz-del-Castillo P.E.J., Tancret F. Martensite formation in titanium alloys: crystallographic and compositional effects. *Journal of Alloys and Compounds*. 2021;872:159636.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.159636>
5. Liu K.Y., Yin L.X., Lin X., Liang S.X. Development of low elastic modulus titanium alloys as implant biomaterials. *Recent Progress in Materials*. 2022;4(2).
<https://doi.org/10.21926/rpm.2202008>
6. Marin E., Lanzutti A. Biomedical applications of titanium alloys: a comprehensive review. *Materials*. 2024;17:114.
<https://doi.org/10.3390/ma17010114>
7. Valiev R.Z., Alexandrov I.V., Kawasaki M., Langdon T.G. *Ultrafine-grained materials*. Cham: Springer International Publishing; 2024:451. <https://doi.org/10.1007/978-3-031-31729-3>
8. Picak S., Wegener T., Sajadifar S.V., Sobrero C. On the low-cycle fatigue response of CoCrNiFeMn high entropy alloy with ultra-fine grain structure. *Acta Materialia*.

- 2021;205:116540.
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.116540>
9. Du B., Sheng L., Cui C., Hu Z., Sun X. Effects of grain refinement on the low-cycle fatigue behavior of IN792 superalloys. *Crystals*. 2021;11:892.
<https://doi.org/10.3390/cryst11080892>
 10. Ledon D.R., Bannikov M.V., Oborin V.A., Bayandin Yu.V., Naimark O.B. Prediction of the fatigue life of VT1-0 titanium in various structural states under very high cycle fatigue. *Letters on Materials*. 2021;11(4):422–426.
<https://doi.org/10.22226/2410-3535-2021-4-422-426>
 11. Sharkeev Yu., Eroshenko A., Legostaeva E., Kovalevskaya Z., Belyavskaya O., Khimich M., Epple M., Prymak O., Sokolova V., Zhu Q., Sun Z., Zhang H. Development of ultrafine-grained and nanostructured bioinert alloys based on titanium, zirconium and niobium and their microstructure, mechanical and biological properties. *Metals*. 2022;12(7):1136.
<https://doi.org/10.3390/met12071136>
 12. Gatina S., Polyakova V., Modina Yu.M., Semenova I.P. Fatigue behavior and fracture features of Ti-15Mo alloy in β -, ($\alpha+\beta$)-, and ultrafine-grained two-phase states. *Metals*. 2023;13:580.
<https://doi.org/10.3390/met13030580>
 13. Naydenkin E., Mishin I.P., Ratochka I.V., Oborin V. Fatigue and fracture behavior of ultrafine-grained near β titanium alloy produced by radial shear rolling and subsequent aging. *Materials Science and Engineering A*. 2021;810:140968.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.140968>
 14. Bannikov M., Oborin V., Bilalov D.A., Naimark O.B. Nonlinear dynamics and stages of damage of Ti6Al4V and Ti45Nb titanium alloys in very high cycle fatigue. *PNRPU Mechanics Bulletin*. 2020;2:145–153.
<https://doi.org/10.15593/perm.mech/2020.2.12>
 15. Oborin V., Bayandin Yu., Bannikov M., Savinykh A.S. Prediction of titanium alloy Ti-6Al-4V lifetime under consecutive shock-wave and gigacycle fatigue loads. *Procedia Structural Integrity*. 2021;32:152–157.
<https://doi.org/10.1016/j.prostr.2021.09.022>
 16. Edalati K., Bachmaier A., Beloshenko V.A., et al. Nanomaterials by severe plastic deformation: review of historical developments and recent advances. *Materials Research Letters*. 2022;10(4):163–256.
<https://doi.org/10.1080/21663831.2022.2029779>
 17. Glezer A.M., Kozlov E.V., Koneva N.A., Popova N.A., Kurzina I.A. Plastic deformation of nanostructured materials. Boca Raton: CRC Press; 2017:334.
 18. ASTM E1382-97. Standard test methods for determining average grain size using semiautomatic and automatic image analysis. West Conshohocken, PA: ASTM International; 2016:24.
 19. Naimark O., Bayandin Yu., Uvarov S. Critical dynamics of damage-failure transition in wide range of load intensity. *Acta Mechanica*. 2021;232(4):1329–1345.
<https://doi.org/10.1007/s00707-020-02922-1>
 20. Naimark O., Oborin V., Bannikov M., Ledon D. Critical dynamics of defects and mechanisms of damage-failure transitions in fatigue. *Materials*. 2021;14(10):2554.
<https://doi.org/10.3390/ma14102554>
 21. Mahmood A., Sun C., Lashari M.I., Li W. Microstructure-based interior cracking behavior of $\alpha+\beta$ titanium alloy under two stress ratios and intermediate temperature in the very high-cycle fatigue regime. *Journal of Materials Science*. 2024;59(27):1–20.
<https://doi.org/10.1007/s10853-024-09892-y>
 22. Klevtsov G.V., Valiev R.Z., Klevtsova N.A., Tyurkov M.N., Pigaleva I.N., Aksenov D.A. Fracture kinetics and mechanisms of ultrafine-grained materials during fatigue tests in the low-cycle fatigue region. *Metals*. 2023;13:709.
<https://doi.org/10.3390/met13040709>
 23. Shanyavskiy A.A., Soldatenkov A.P. Metallic materials fatigue behavior: scale levels and ranges of transition between them. *International Journal of Fatigue*. 2022;158:106773.
<https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2022.106773>
 24. Pan X., Xu S., Nikitin A., Shanyavskiy A. Crack initiation induced nanograins and facets of a titanium alloy with lamellar and equiaxed microstructure in very-high-cycle fatigue. *Materials Letters*. 2023;357:135769.
<https://doi.org/10.1016/j.matlet.2023.135769>
 25. Rybin V.V. *Large plastic deformations and destruction of metals*. Moscow: Metallurgiya Publ., 1986:224. (In Russ.).
 26. Avateffazeli M., Webster G., Tahmasbi K., Haghshenas M. Very high cycle fatigue at elevated temperatures: a review on high temperature ultrasonic fatigue. *Journal of Space Safety Engineering*. 2022;9(6).
<https://doi.org/10.1016/j.jsse.2022.07.006>
 27. Shanyavskiy A.A., Nikitin A.D., Palin-Luc T. Very high cycle fatigue of D16T aluminum alloy. *Physical Mesomechanics*. 2021;24(1):122–129.
<https://doi.org/10.1134/S1029959921010112>

Сведения об авторах

Анна Юрьевна Ерошенко, к.т.н., старший научный сотрудник лаборатории физики наноструктурных

биокомпозитов, Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук

E-mail: eroshenko@ispms.ru

ORCID: 0000-0001-8812-9287

SPIN-код: 4097-7039

Иван Александрович Глухов, к.т.н., младший научный сотрудник лаборатории физики наноструктурных биокомпозитов, Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук

E-mail: gia@ispms.ru

ORCID: 0000-0001-5557-5950

SPIN-код: 4584-1195

Алексей Иванович Толмачев, главный специалист лаборатории физики наноструктурных биокомпозитов, Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук

E-mail: tolmach@ispms.ru

ORCID: 0000-0003-4669-8478

SPIN-код: 6362-0479

Павел Викторович Уваркин, ведущий технолог лаборатории физики наноструктурных биокомпозитов, Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук

E-mail: uvarkin@ispms.ru

ORCID: 0000-0003-1169-3765

SPIN-код: 4944-4711

Юрий Петрович Шаркеев, д.ф.-м.н., профессор, заведующий лабораторией физики наноструктурных биокомпозитов, Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук

E-mail: sharkeev@ispms.ru

ORCID: 0000-0001-5037-245X

SPIN-код: 1844-5410

Information about the authors:

Anna Yu. Eroshenko, Cand. Sci. (Eng.), Senior Researcher, Laboratory of Physics of Nanostructured Biocomposites, Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences

E-mail: eroshenko@ispms.ru

ORCID: 0000-0001-8812-9287

SPIN-код: 4097-7039

Ivan A. Gluhov, Cand. Sci. (Eng.), Junior Researcher, Laboratory of Physics of Nanostructured Biocomposites, Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences

E-mail: gia@ispms.ru

ORCID: 0000-0001-5557-5950

SPIN-код: 4584-1195

Aleksei I. Tolmachev, Chief Specialist of the Laboratory of Physics of Nanostructured Biocomposites, Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences

E-mail: tolmach@ispms.ru

ORCID: 0000-0003-4669-8478

SPIN-код: 6362-0479

Pavel V. Uvarkin, Leading Technologist of the Laboratory of Physics of Nanostructured Biocomposites, Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences

E-mail: uvarkin@ispms.ru

ORCID: 0000-0003-1169-3765

SPIN-код: 4944-4711

Yurii P. Sharkeev, Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof., Head of the Laboratory of Physics of Nanostructured Biocomposites, Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences

E-mail: sharkeev@ispms.ru

ORCID: 0000-0001-5037-245X

SPIN-код: 1844-5410

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

The authors declare that there is no conflict of interest.

Поступила в редакцию 01.10.2025

После доработки 12.11.2025

Принята к публикации 15.11.2025

Received 01.10.2025

Revised 12.11.2025

Accepted 15.11.2025