


НАЦІОНАЛЬНА АКАДЕМІЯ НАУК УКРАЇНИ
ФІЗИКО-ТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ НИЗЬКИХ ТЕМПЕРАТУР
імені Б. І. ВЕРКІНА

Русакова Ганна Вікторівна



УДК 539.533: 621.785.9

**НИЗЬКОТЕМПЕРАТУРНІ МІКРОМЕХАНІЧНІ ВЛАСТИВОСТІ НОВИХ
УЛЬТРАДРІБНОЗЕРНИСТИХ І НАНОСТРУКТУРНИХ МАТЕРІАЛІВ**

01.04.07 – фізика твердого тіла

АВТОРЕФЕРАТ
дисертації на здобуття наукового ступеня
кандидата фізико-математичних наук

Харків – 2017

Дисертацією є рукопис.

Робота виконана у відділі фізики реальних кристалів Фізико-технічного інституту низьких температур імені Б. І. Веркіна Національної академії наук України, м. Харків.

Науковий керівник: доктор фізико-математичних наук, старший науковий співробітник **Фоменко Лариса Степанівна**, Фізико-технічний інститут низьких температур імені Б. І. Веркіна НАН України, провідний науковий співробітник відділу фізики реальних кристалів.

Офіційні опоненти: доктор фізико-математичних наук, професор **Бойко Юрій Іванович**, Харківський національний університет імені В. Н. Каразіна МОН України, професор кафедри фізики кристалів;

доктор фізико-математичних наук, старший науковий співробітник **Соколенко Володимир Іванович**, Національний науковий центр «Харківський фізико-технічний інститут» НАН України, завідувач відділу фізики твердого тіла і конденсованого стану речовини.

Захист відбудеться «24» жовтня 2017 р. о 15⁰⁰ годині на засіданні спеціалізованої вченої ради Д 64.175.03 при Фізико-технічному інституті низьких температур ім. Б. І. Веркіна НАН України за адресою: 61103 м. Харків, пр. Науки, 47.

З дисертацією можна ознайомитись у бібліотеці Фізико-технічного інституту низьких температур ім. Б. І. Веркіна НАН України за адресою: 61103 м. Харків, пр. Науки, 47.

Автореферат розісланий «21» вересня 2017 р.

Вчений секретар
спеціалізованої вченої ради Д 64.175.03



О. І. Юзефович

ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА РОБОТИ

Актуальність теми. Пріоритетним напрямком розвитку сучасної фізики твердого тіла та фізичного матеріалознавства є наноматеріали та нанотехнології. Підвищений інтерес до цього нового класу матеріалів як з боку фундаментальної, так і прикладної фізики пов'язаний з їх унікальними фізичними властивостями, що обумовлює значні перспективи для їх практичного застосування в таких важливих областях людської діяльності як промисловість, оборона, інформаційна сфера, радіоелектроніка, енергетика. Можливість практичного використання наноматеріалів обумовила інтенсивне вивчення їх механічних характеристик. Дійсно, незалежно від сфери застосування, будь-які функціональні матеріали повинні мати необхідний комплекс механічних властивостей. І, безумовно, першорядними є знання про пластичність та міцність наноматеріалів при використанні їх в якості конструкційних матеріалів. Тут особливо важливу роль грає оптимальне поєднання високих міцнісних та пластичних властивостей.

Наноматеріали – це або окремі наночастинки, один із лінійних розмірів яких лежить в межах від 1 до 100 нм, або їх ансамблі (наноstrukturні матеріали). Якщо наночастинки займають фіксовані положення в об'ємі наноstrukturного матеріалу та жорстко пов'язані між собою, то говорять про консолідовані наноматеріали. В даній роботі вивчено механічні властивості представників двох важливих класів консолідованих наноматеріалів, а саме, фулериту C_{70} та нанокристалічного (НК) титану. Крім того, суттєву увагу було приділено дослідженню механічних властивостей ультрадрібнозернистих (УДЗ) сплавів Al-Li та AZ31 з розміром зерна ~ 1 мкм. Всі вивчені матеріали мають велике прикладне значення.

Фулерит C_{70} – кристалічне тверде тіло, синтезоване в 1990 р. (Kratschmer W. et al. // Nature (London). – 1991. – V. 350. – P. 600). Воно побудоване з наночастинок – молекул C_{70} , які разом з молекулами C_{60} було відкрито в 1985 р. Керлом, Крото та Смолі (R.F. Curl, H.W. Kroto, R.E. Smalley, Нобелівська премія з хімії за 1996 р.). Актуальність і важливість виконаних в роботі досліджень мікромеханічних властивостей фулериту C_{70} пов'язані з тим, що на момент початку даної роботи були відсутні будь-які знання про низькотемпературну пластичність цього кристала, тому практично всі результати було отримано вперше.

До недавнього часу для покращення міцнісних властивостей металічних матеріалів використовували, як правило, легування та/або зміну фазового складу. В останні роки для покращення механічних характеристик стали застосовувати підходи, що базуються на формуванні у матеріалів мікро- та нанокристалічної структури, наприклад, методами інтенсивної пластичної деформації. Міцність об'ємних УДЗ та НК матеріалів суттєво перевищує міцність крупнозернистих (КЗ) аналогів, зі збереженням при певних умовах прийняттого співвідношення між міцністю та пластичністю.

Роботи по створенню конструкційних УДЗ та НК матеріалів знаходяться поки що на початковій стадії. Тому особливо важливими для отримання УДЗ та НК матеріалів із заданими властивостями є дослідження, спрямовані на з'ясування механізмів пластичної деформації та зміцнення цих матеріалів. Аналіз літературних даних показує, що такі дослідження проводилися переважно на металах і сплавах з гране-

центрованою кубічною (ГЦК) граткою. В той же час важливі для прикладних цілей металічні матеріали з гексагональною щільноупакованою (ГЦУ) граткою мають низку особливостей порівняно з ГЦК матеріалами, зокрема, яскраво виражену анізотропію, обмежену кількість можливих систем ковзання, схильність до двійникування тощо. Вивчення механічних властивостей ГЦУ титану та магнієвого сплаву AZ31, виконане в даній роботі, є важливим та актуальним, враховуючи також прикладне значення цих матеріалів.

Підвищення міцності полікристалів при зменшенні розміру зерна супроводжується, як правило, таким несприятливим ефектом як зниження пластичності (сильне зменшення однорідної або граничної деформації до руйнування). Важливим та актуальним завданням є з'ясування природи зниженої пластичності УДЗ і НК матеріалів та розробка методів подолання цього недоліку. В даній роботі для таких досліджень було обрано ГЦК сплав Al-Li, який проявляє знижену пластичність уже в УДЗ стані.

Зв'язок роботи з науковими програмами, планами, темами. Роботу було виконано з 2009 р. по 2016 р. у відділі фізики реальних кристалів Фізико-технічного інституту низьких температур імені Б. І. Веркіна НАН України в рамках тематичних планів за відомчими темами Національної академії наук України: тема «Нові закономірності і механізми непружної деформації твердих тіл в умовах помірного та глибокого охолодження» (номер держреєстрації 0107U000943, термін виконання 2008-2012 рр.), тема «Фізико-механічні властивості нанокристалічних, ультрадрібнозернистих та аморфних твердих тіл в умовах низьких та наднизьких температур» (номер держреєстрації 0112U2638, термін виконання 2012-2014 рр.), тема «Дослідження закономірностей та механізмів низькотемпературної деформації сучасних структурно модифікованих матеріалів» (номер держреєстрації 0115U001160, термін виконання 2015-2017 рр.); комплексний науковий проект «Квантові явища в наносистемах та наноматеріалах при низьких температурах» (номер держреєстрації 0110U00685, термін виконання 2010-2014 рр.), проект за темою «Дослідження механізму керованого формування об'ємного нанокристалічного стану титану з метою розроблення фізичних основ технологій виготовлення нових функціональних матеріалів» в рамках Державної цільової науково-технічної програми «Нанотехнології та наноматеріали» (номер держреєстрації 0110U006594, термін виконання 2010-2014 рр.). Крім того, роботу було виконано в рамках молодіжного гранту НАН України «Експериментальне дослідження стабільності структурного стану і фізико-механічних властивостей нанокристалічного титану, одержаного кріомеханічною обробкою» (номер держреєстрації 0111U007047, термін виконання 2011-2012 рр.).

Мета та задачі дослідження. Основною *метою* даної роботи є встановлення фізичних механізмів низькотемпературної пластичної деформації представників двох важливих класів консолідованих наноструктурних матеріалів: фулериту C_{70} і нанокристалічного титану, а також сплавів з ультрадрібнозернистою структурою Al-Li та AZ31.

Об'єкт дослідження – низькотемпературні процеси пластичної деформації та руйнування в двох наноматеріалах (фулерит C_{70} і НК титан, отриманий кріовальцюванням), а також в УДЗ сплавах Al-3,8 ат. % (1 ваг. %) Li та AZ31 (Mg-3 ваг. % Al, 1 ваг. % Zn, 0,2 ваг. % Mn).

Предмет дослідження – особливості пластичної деформації фулериту C_{70} , обумовлені низькотемпературним фазовим переходом, і механізми пластичної деформації УДЗ (Al-Li та AZ31) та НК (титан) матеріалів, дія яких пов'язана з малим розміром зерна.

Мета роботи та стан проблеми, що вивчається, визначили наступні конкретні завдання дослідження:

1. Вивчити мікромеханічні властивості фулериту C_{70} : визначити системи ковзання, вивчити анізотропію мікропластичної деформації, виміряти мікротвердість в інтервалі температур 77-350 К, що включає всі відомі фазові переходи в цьому кристалі, з метою виявлення та аналізу особливостей на температурній залежності мікротвердості в околі точок фазових переходів.

2. Вивчити розмірні ефекти в пластичності: отримати та проаналізувати залежності мікротвердості титану від середнього діаметра зерна в широкому інтервалі розмірів зерен, включаючи нанометровий діапазон; дослідити природу розмірного ефекту при індентуванні (залежність мікротвердості від глибини проникнення індентора).

3. Дослідити методом мікроіндентування однорідність структури УДЗ сплавів AZ31 та Al-Li, отриманих в умовах рівноканального кутового пресування (РККП) та методом комбінованої прямої та рівноканальної кутової гідроекструзії відповідно, а також НК титану, отриманого в результаті кріовальцювання. Ці дані важливі для розробки рекомендацій по вдосконаленню технології отримання даних матеріалів.

4. Отримати температурні залежності мікротвердості полікристалів титану та сплавів Al-Li та AZ31 з різним розміром зерна. Застосувати метод термоактиваційного аналізу для оцінки активаційних параметрів процесу пластичної деформації, що дозволить висловити обґрунтовані припущення щодо реалізації конкретних механізмів пластичної деформації.

5. Встановити зв'язок між величинами локальної мікротвердості та локальної деформації в зразках сплаву Al-Li, деформованих розтягом до руйнування в широкому інтервалі температур. З'ясувати природу низької пластичності УДЗ сплаву Al-Li при температурах поблизу та вище кімнатної.

Методи дослідження. Для вивчення механічних властивостей матеріалів, характеристики їх структурного стану, отримання відомостей про процеси пластичної деформації та руйнування було використано метод мікроіндентування. Мікротвердість за Віккерсом H_V вимірювали на стандартному твердомірі ПМТ-3 при кімнатній температурі; спеціальному низькотемпературному пристрої з вільно підвішеною пірамідою Віккерса в інтервалі температур 77 – 300 К; на ПМТ-3 і на мікроскопі Neophot з приставками для нагрівання зразка в інтервалі 300 – 350 К. Метод мікроіндентування надзвичайно зручний для вивчення малих об'єктів, таких як монокристали фулериту C_{70} і НК матеріали. Застосування цього методу забезпечує достатню кількість даних для статистичної обробки при невеликій кількості досліджуваного матеріалу. Дослідження поверхні зразків проводили методом оптичної мікроскопії. Для аналізу характеристик зеренної структури зразків титану, а саме розподілу зерен за розміром, було використано дані електронної мікроскопії.

Наукова новизна отриманих результатів полягає в наступному:

1. Вперше систематично досліджено низькотемпературні мікромеханічні властивості та анізотропію мікротвердості нового вуглецевого наноструктурного матеріалу – фулериту C_{70} : визначено основну систему ковзання дислокацій та виявлено на температурній залежності мікротвердості особливість (у вигляді зламу), котра пов'язана з орієнтаційним фазовим переходом «деформована ГЩУ ґратка → моноклінна ґратка».

2. Вперше отримано та детально проаналізовано температурні залежності мікротвердості полікристалів титану VT1-0 з різним розміром зерна. Встановлено дислокаційний характер деформації в нанокристалічному титані та основні перешкоди для руху дислокацій – локальні бар'єри.

3. Виявлено два інтервали з лінійною залежністю мікротвердості титану від розміру зерна в координатах Холла-Петча. Встановлено, що пластичну деформацію полікристалічного титану в першому інтервалі (розмір зерна ≥ 250 нм) контролює двійникування, а в другому – пірамідальне ковзання.

4. Досліджено кореляцію між мікротвердістю та величиною локального пластичного зсуву в ультрадрібнозернистих зразках Al-Li. Відповідні зони локалізації виникали в процесі попереднього деформування розтягом в інтервалі температур 4,2 – 350 К. Встановлено, що при $T \geq 295$ К причиною сильної локалізації деформації, яка призводить до руйнування, є відсутність помітного деформаційного зміцнення.

Наукове та практичне значення отриманих результатів. Наукова значущість отриманих в дисертаційній роботі нових результатів визначається тим, що вони є надійною експериментальною базою для подальшого розвитку теорії низькотемпературної пластичності та міцності УДЗ і НК матеріалів. Експериментальні результати дослідження мікропластичності фулериту C_{70} є основою для розвитку теорії руху дислокацій в цих кристалах.

Практичне значення отриманих результатів полягає в тому, що для характеристики нових, перспективних для використання в широкому інтервалі температур матеріалів запропоновано та ефективно застосовано метод мікроіндентування. Визначено одну з механічних характеристик матеріалів, мікротвердість, та її залежність від різних зовнішніх факторів і дефектної структури. Встановлено, що досліджені в роботі УДЗ сплави AZ31 та Al-Li, отримані методом РККП і методом комбінованої прямої та рівноканальної кутової гідроекструзії, відповідно, а також НК титан, отриманий методом кріовальцювання, достатньо однорідні, що розширює можливість їх практичного застосування. Показано також, що процес зміцнення титану в результаті низькотемпературного вальцювання відбувається з насиченням: починаючи з деформації $\epsilon \approx -(1-2)$, збільшення ступеня вальцювання призводить до слабкого зростання значення мікротвердості. Цей результат показує, що вимірювання мікротвердості можна використовувати як простий та ефективний експрес метод дослідження, який дозволяє визначити оптимальний режим термомеханічної обробки, якщо метою фрагментації зерен є отримання високоміцного стану.

Особистий внесок здобувача. Наукові статті [1-6], в яких представлені основні результати дисертаційної роботи, було виконано здобувачем у співавторстві. Здобувач приймала участь у постановці задач досліджень [1,2,4-6]; найважливіші експериментальні результати, що лежать в їх основі, було отримано особисто здобувачем. Вона безпосередньо приймала участь у всіх етапах обробки, систематизації

та аналізу експериментальних даних, а також у підготовці результатів до опублікування у вигляді наукових статей [1,2,4-6] та особисто доповідала результати на конференціях високого рівня.

В роботі [3] здобувач приймала участь в проведенні експериментів на фулериті C_{70} при температурах в інтервалі 77-300 К; нею особисто було виконано вимірювання мікротвердості модельного матеріалу – кристала Zn; вона приймала участь в обговоренні та написанні статті.

Автором сформульовано та обґрунтовано висновки та положення окремих розділів дисертації, сумарні висновки та узагальнення. Таким чином, особистий внесок дисертанта є визначальним.

Апробація результатів дисертації. Основні результати дисертації доповідались та обговорювались на міжнародних та вітчизняних конференціях:

- Міжнародна конференція «Фізичні явища в твердих тілах» (Харків, 1-4 грудня 2009).
- Університетська науково-практична конференція магістрантів НТУ «ХП» (Харків, 22-25 березня 2010).
- Международная конференция «Актуальные проблемы прочности» (Киев, 14-18 июня 2010).
- Международная конференция «Актуальные проблемы прочности» (Харьков, 16-20 мая 2011).
- International Conference for Young Scientists «Low Temperature Physics» (ICYS–LTP–2011) (Kharkiv, June 6-10, 2011).
- International Conference «12th International symposium on physics of materials» (Prague, Czech Republic, September 4-8, 2011).
- Международная конференция «HighMatTech» (Киев, 3-7 октября 2011).
- Міжнародна конференція «Фізичні явища в твердих тілах» (Харків, 6-9 грудня 2011).
- XX Петербургские чтения по проблемам прочности (Санкт-Петербург, Россия, 10-12 апреля 2012).
- Міжнародна конференція «ЕВРИКА-2012» (Львів, 19-22 квітня 2012).
- International Conference for Young Scientists «Low Temperature Physics» (ICYS–LTP–2012) (Kharkiv, May 14-18, 2012).
- Міжнародна конференція «ЕВРИКА-2013» (Львів, 15-17 травня 2013).
- International Conference for Young Scientists «Low Temperature Physics» (ICYS–LTP–2013) (Kharkiv, June 3-7, 2013).
- International research and practice conference “Nanotechnology and Nanomaterials” (NANO-2013) (Bukovel, August 29– September 1, 2013).
- Международная конференция «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов» (Москва, Россия, 26-29 ноября 2013).
- Міжнародна конференція «Фізичні явища в твердих тілах» (Харків, 3-6 грудня 2013).
- Міжнародна конференція «ЕВРИКА-2014» (Львів, 15-17 травня 2014).
- International Conference for Young Scientists «Low Temperature Physics» (ICYS–LTP–2014) (Kharkiv, June 2-6, 2014).

- Международная конференция «Актуальные проблемы прочности» (Харьков, 9-13 июня 2011).
- International Conference for Young Scientists «Low Temperature Physics» (ICYS–LTP–2015) (Kharkiv, June 2-5, 2015).
- Міжнародна конференція «Фізичні явища в твердих тілах» (Харків, 1-4 грудня 2015).
- Конференция «Современные проблемы физики металлов и металлических систем» (Киев, 25-27 мая 2016).
- International Conference for Young Scientists «Low Temperature Physics» (ICYS–LTP–2016) (Kharkiv, June 6-10, 2016).

Публікації. Основні результати дисертації викладено в 6 статтях [1-6], які опубліковано у провідних фахових наукових журналах, а також у тезах 23 доповідей на конференціях [7-29].

Структура та об'єм дисертації. Дисертація складається з анотації, переліку умовних позначень і скорочень, вступу, шести розділів, висновків, переліку використаних літературних джерел з 225 найменувань та одного додатку. Повний об'єм дисертації складає 237 аркушів, основний об'єм – 128 аркушів. В роботі наведено 10 таблиць і 95 рисунків.

ЗАГАЛЬНИЙ ЗМІСТ РОБОТИ

В **анотації** стисло представлено основні результати дослідження, зазначено їхню наукову новизну та практичне значення, наведено ключові слова, а також список публікацій здобувача за темою дисертації.

У **вступі** обґрунтовано актуальність теми, сформульовано мету та задачі дослідження, відзначено новизну отриманих результатів, їх фундаментальне та прикладне значення, позначено особистий внесок дисертанта, наведено відомості щодо апробації отриманих результатів і дані про структуру та обсяг дисертації.

У **першому розділі** дисертації «Механічні властивості наноматеріалів» (огляд літератури) стисло розглянуто термінологічні підходи до поняття «наноматеріали», а також класифікація наноматеріалів за структурними ознаками; обговорено літературні дані, що стосуються закономірностей і механізмів пластичної деформації низки кристалічних матеріалів, що належать до двох важливих класів консолідованих наноматеріалів: фулеритів і НК матеріалів. На основі аналізу цих відомостей сформульовано конкретні задачі даного дослідження.

На теперішній час найбільш вивченими є механічні властивості фулериту C_{60} . Встановлено дислокаційний характер деформації, розроблено метод виявлення дислокацій і вивчено їх рухливість (Фоменко Л.С. и др. // ФТТ. – 2007. – Т. 49. – С. 760), визначено основні механічні характеристики: границі текучості та міцності, мікротвердість, активаційні параметри. Отримано температурну залежність мікротвердості, на якій виявлено дві особливості, обумовлені взаємодією рухливих дислокацій з оберतालними ступенями свободи молекул C_{60} (В.Д. Нацик и др. // ФНТ. – 1996. – Т. 22, № 3. – С. 337). В той же час відомості про механічні властивості фулериту C_{70} (найближчий «родич» фулериту C_{60}) на момент початку даної роботи були надзвичайно обмежені; а при температурах нижче кімнатної будь-які дані взагалі

були відсутні. Це стимулювало дослідження низькотемпературних механічних властивостей фулериту C_{70} , проведені в даній роботі.

Проаналізовано сучасні уявлення про механізми пластичної деформації НК матеріалів. Розглянуто зміну механізмів деформації металічних полікристалів при зменшенні розміру зерна: перехід від дислокаційних механізмів до механізмів, пов'язаних з границями зерен. Відзначено, що основні експериментальні дані про механічні властивості УДЗ і НК матеріалів отримано на кристалах з ГЦК ґраткою. В зв'язку з цим важливим є розширення класу матеріалів, що вивчаються, на метали та сплави з ГЦУ ґраткою (Ti, сплав AZ31).

У **другому розділі** дисертації «Об'єкти та методика експерименту» розглянуто структуру та основні фізичні характеристики досліджуваних матеріалів, методику вирощування монокристалів C_{70} та способи отримання НК та УДЗ металічних матеріалів. Описано використану в роботі методику вимірювання мікротвердості в температурному інтервалі 77-350 К.

Досліджено три групи кристалів: монокристали фулериту C_{70} ; полікристали титану з різним розміром зерна включно з нанометровими розмірами: $d = 10$ мкм – 35 нм; УДЗ сплави AZ31 та Al-Li з розмірами зерен $d \sim 1 - 4$ мкм. Твердий розчин заміщення Al-3,8 ат.% Li має ГЦК ґратку, в той час як всі інші кристали мають ГЦУ симетрію, але з різним відношенням параметрів ґратки c/a (останнє впливає на активні системи ковзання).

Основним методом дослідження було визначення мікротвердості по Віккерсу. Мікроіндентування – оптимальний, неруйнівний та структурно чутливий метод вивчення механічних властивостей таких малих об'єктів як монокристали C_{70} , а також НК та УДЗ сплави, які, як правило, отримують в обмеженій кількості та які тому малодоступні для вивчення іншими методами. Метод мікроіндентування було також використано для виявлення та вивчення первинної та вторинної анізотропії механічних властивостей досліджених матеріалів. Таким чином, показано ефективність даного методу для характеристики нових, перспективних для застосування матеріалів.

У **третьому розділі** «Мікромеханічні властивості монокристалів фулериту C_{70} в інтервалі температур 77-350 К» викладено результати дослідження морфології кристалів C_{70} , анізотропії мікропластичності та температурної залежності мікротвердості в інтервалі температур 77-350 К. Вирощені монокристали C_{70} мали ГЦУ морфологію та лінійні розміри до 2 мм. Зовнішній вигляд одного з кристалів з розмірами близько 1x1x1 мм показано на рис. 1, а. Найбільш розвинутими площинами огранки кристалів є площина базису (0001) та площини піраміди $\{1\bar{1}01\}$. Розгортку поверхні іншого кристала C_{70} показано на рис. 1, б; тут чітко розрізняються три типи габітусних площин кристала: площина базису (0001), площина піраміди $\{1\bar{1}01\}$ та площина призми $\{10\bar{1}0\}$. Спостережувана форма кристалів C_{70} добре узгоджується з морфологією, теоретично розрахованою в роботі M.A. Verheijen et al. (Chem. Phys. – 1992. – V. 166. – P. 287) (рис. 1, б).

Вимірюваннями на габітусних площинах монокристалів C_{70} встановлено та докладно вивчено анізотропію мікротвердості. При індентуванні площини базису монокристалів C_{70} не було виявлено помітного впливу азимутальної орієнтації індентора на величину мікротвердості (анізотропія I роду), форма відбитка була близька до квадратної, але з вгнутими сторонами. В той же час на площинах піраміди (рис.

2, *a*) та призми (рис. 2, *б*) формувалися відбитки ромбічної форми незалежно від величини навантаження на індентор. На цих площинах виділений був напрямок типу $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ (слід площини базису). Довжина діагоналі відбитка в цьому напрямку була суттєво менше, ніж довжина іншої діагоналі. При повороті діагоналі індентора на 45° відносно напрямку $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ відбиток набував форми метелика, тобто квадрата з вгнутими в цьому напрямку сторонами, що наочно демонструє рис. 2, *б*.

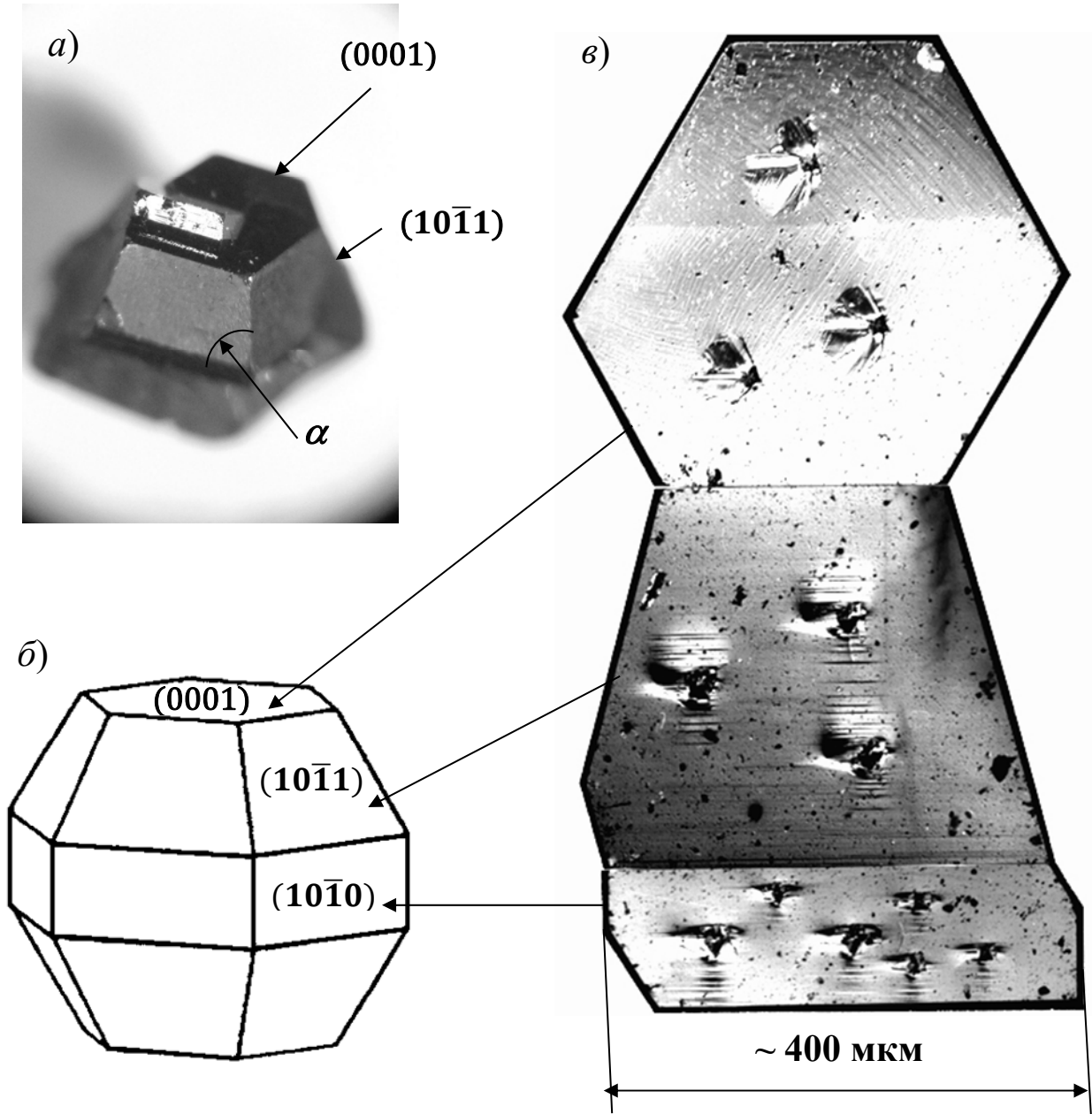


Рис. 1. Реальна (*a*) та теоретична (*б*) морфологія кристалів C_{70} . На розгортці одного з кристалів (*в*) показані відбитки індентора на базисній (0001), пірамідальній $\{10\bar{1}1\}$ та призматичній $\{10\bar{1}0\}$ площинах; на двох останніх площинах поблизу відбитків індентора, нанесених при $P = 0,05$ Н, помітні лінії ковзання, паралельні лініям перетину площин спостереження з базисною площиною.

Анізотропію мікротвердості I роду характеризують параметром $K_I = (a_2/a_1)^2$, де $2a_1$ та $2a_2$ – довжина меншої та більшої діагоналі відбитка, відповідно. Виявилося, що для площини піраміди кристалів C_{70} коефіцієнт K_I суттєво залежить від навантаження на індентор і температури. Ці залежності показані на рис. 3.

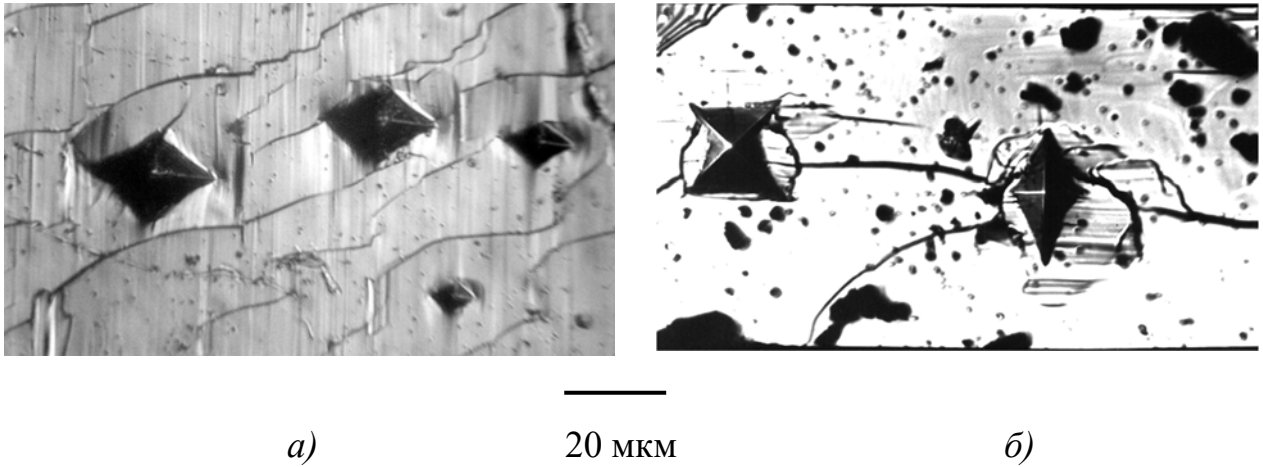


Рис. 2. Відбитки індентора на габітусних площинах монокристалів C_{70} : а – площина піраміди $\{10\bar{1}1\}$ ($P = 0,05; 0,02$ и $0,01$ Н для трьох верхніх відбитків), б – площина призми $\{10\bar{1}0\}$. ($P = 0,05$ Н). $T \approx 290$ К. Менша діагональ ромбічних відбитків на рис. а і б паралельна сліду площини базису (0001).

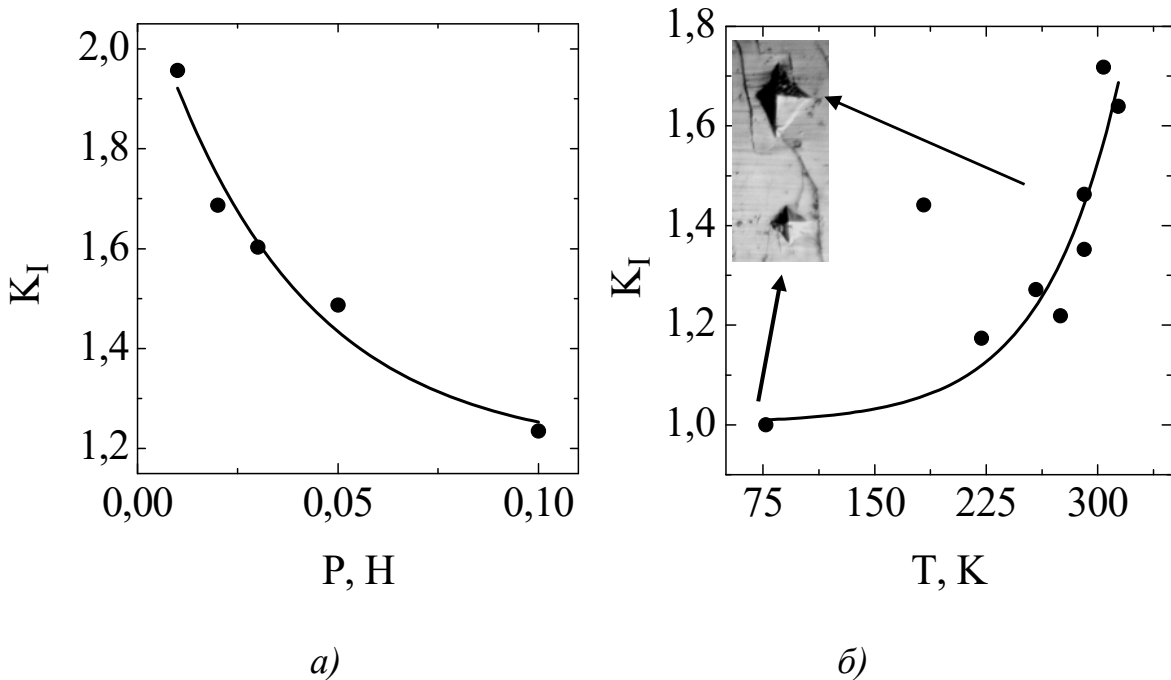


Рис. 3. Залежність коефіцієнта анізотропії мікротвердості першого роду $K_I = (a_2/a_1)^2$ монокристала фулериту C_{70} від навантаження на індентор при $T = 291$ К (а) та від температури при $P = 0,05$ Н (б); $2a_1$ та $2a_2$ – довжина меншої та більшої діагоналей відбитка на площині піраміди $\{10\bar{1}1\}$. На вставці до рис. 3, б – відбитки, отримані при $P = 0,05$ Н при температурах $T = 291$ К і $T = 77$ К; горизонтальна діагональ відбитка паралельна сліду площини базису (0001).

Видно, що при збільшенні навантаження на індентор і зниженні температури коефіцієнт анізотропії зменшується, тобто відбиток стає більш симетричним (див. вставку до рис. 3, б). Симетрична форма відбитка при низьких температурах визначається, певно, дією систем ковзання, які властиві моноклінній ґратці. Анізотропія мікротвердості II роду (залежність H_V від площини індентування) проявилася в тому, що значення H_V кристалів C_{70} , виміряні на площині базису, були приблизно в 1,4-1,8 рази менші, ніж отримані при індентуванні площини піраміди (див. рис. 4, криві 1 і 2). Показано, що в кристалах C_{70} фазове перетворення «ДГЩУ (γ'' -фаза) \rightarrow ГЩУ (γ' -фаза)» добре реєструється методом оптичної мікроскопії, воно протікає з великим температурним гістерезисом приблизно 40 К ($T_{\gamma''-\gamma'} = 348$ К, $T_{\gamma'-\gamma''} = 308$ К) і супроводжується дуже сильним розтріскуванням поверхні. Не виявлено помітної зміни H_V поблизу точки цього фазового перетворення.

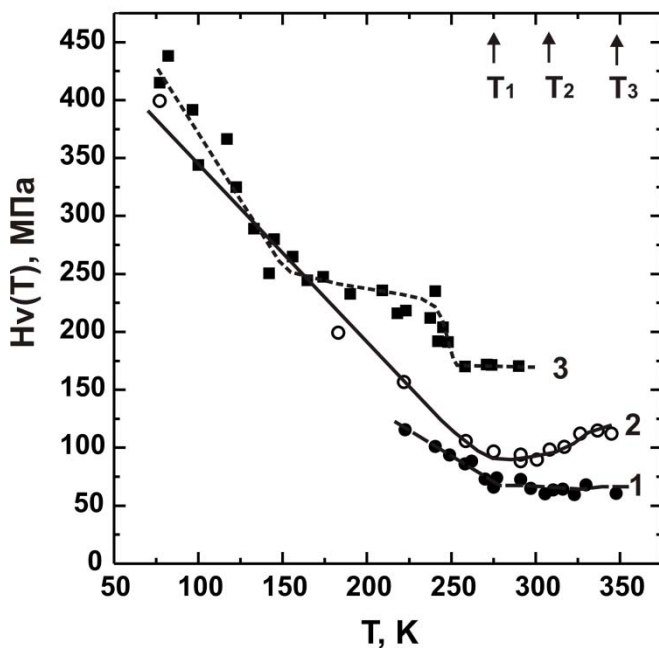


Рис. 4. Температурні залежності мікротвердості монокристалів фулеритів C_{70} (1 – базисна площина; 2 – пірамідальна площина, значення H_V розраховано за довгою діагоналлю відбитку) та C_{60} (3 – площина куба (100)). $T_1 = T_{\gamma''-\alpha} = 276$ К, $T_2 = T_{\gamma'-\gamma''} = 308$ К, $T_3 = T_{\gamma''-\gamma'} = 348$ К.

ність плато, яке примикає до вказаної сходинки з боку низьких температур. Причиною таких відмінностей може бути, по-перше, відсутність в кристалах C_{70} аналога пентагонних і гексагонних конфігурацій, властивих низькотемпературній ПК фазі C_{60} , наявність яких забезпечує полицьку на залежності $H_V(T)$. По-друге, по-різному протікає процес орієнтаційного впорядкування молекул в кристалах C_{60} і C_{70} . В кристалах C_{60} орієнтаційне впорядкування протікає в один етап (при $T \approx 260$ К), в той час як в кристалах C_{70} воно протікає в 2 етапи: в інтервалі 305-276 К при охолодженні зберігається обертання навколо довгої осі молекули та лише при $T < 276$ К

Вперше встановлено кореляцію особливостей мікропластичності кристалів C_{70} з низькотемпературним структурним фазовим перетворенням «ДГЩУ γ'' -фаза \rightarrow моноклінна α -фаза». Виявлено чіткий злам на температурній залежності мікротвердості в зоні фазового переходу: слабка залежність $H_V(T)$ в ДГЩУ фазі змінюється на сильну в моноклінній α -фазі (рис. 4, криві 1 і 2). Запропоновано інтерпретацію особливостей мікропластичності, побудовану на уявленнях про взаємодію дислокацій з орієнтаційними станами молекул.

Зіставлення температурних залежностей мікротвердості (рис. 4), отриманих для кристалів C_{70} і C_{60} (Лубенец С.В. и др. – ФНТ. – 1997. – Т. 23. – С. 338), дозволяє вказати їх основні відмінності: (1) відсутність сходинки на залежності $H_V(T)$ для кристалів C_{70} , (2) відсут-

обертання повністю припиняється. Розмазаність по температурі процесу орієнтаційного впорядкування молекул в кристалах C_{70} призводить до більш плавної залежності $H_V(T)$, ніж у випадку кристалів C_{60} .

В четвертому розділі «Вивчення неоднорідності мікромеханічних властивостей НК Ті та УДЗ сплавів AZ31 та Al-Li» представлено дані по дослідженню розмірного ефекту при індентуванні (залежність мікротвердості від розміру відбитка) вивчених металічних матеріалів, а також результати застосування методу мікроіндентування для характеристики неоднорідності структури, сформованої в результаті термомеханічної обробки зразків для отримання НК і УДЗ станів.

Для всіх досліджених полікристалів (Ті, AZ31, Al-Li) з різним розміром зерна отримано залежності мікротвердості від величини навантаження на індентор (глибини проникнення індентора). Залежності $H_V(P)$ мають вигляд або висхідних кривих (збільшення мікротвердості зі зменшенням навантаження в зоні малих навантажень, рис. 5, а, крива 1), або немонотонних кривих з максимумом в зоні малих навантажень (рис. 5, б). При великих навантаженнях залежності $H_V(P)$ виходять на постійне значення H_V . Вплив навантаження на мікротвердість суттєво послаблюється для зміцнених матеріалів з малим розміром зерна (рис. 5, а, криві 2 і 3, рис. 5, б, УДЗ зразки).

Для інтерпретації розмірного ефекту було використано концепцію геометрично необхідних дислокацій (ГНД), що забезпечують формування відбитка в матеріалі (Nix W.D., Gao H. // J. Mech. Phys. Solids. – 1998. – Vol. 46. – P. 411). В рамках даної моделі залежність мікротвердості від глибини проникнення індентора h має вигляд $\frac{H_V}{H_{V0}} = \sqrt{1 + \frac{h^*}{h}}$, де H_{V0} – твердість матеріалу за відсутності ГНД, h^* – характерна довжина, яка залежить від густини статистично накопичених дислокацій, акумульованих в кристалі шляхом випадкового взаємного захоплення. На рис. 5, в, з експериментальні результати (крім даних для сплаву Al-Li, що відповідають малим глибинам) представлені в координатах $(H_V)^2 - 1/h$. За винятком точок, що відповідають найменшим значенням h , експериментальні дані задовільно описуються моделлю ГНД. Відхилення в зоні малих глибин пов'язані, очевидно, з градієнтом мікромеханічних властивостей у шліфованому та полірованому поверхневому шарі зразків, які було піддано механічній обробці перед індентуванням.

Установлено, що ступінь однорідності структури (характер залежності мікротвердості від координати та площини індентування) НК і УДЗ заготовок, отриманих різними методами, залежить від конкретного матеріалу та методу ПД.

Наявність текстури в УДЗ зразках AZ31, обумовленої РККП, виявилася в меншому середньому значенні мікротвердості на площині, перпендикулярній осі екструзії, порівняно з вимірюваннями на площині, що містить дану вісь.

Текстура, сформована при кріовальцюванні титану, проявилася в помітній різниці статистичних характеристик мікротвердості (середнього значення та стандартного відхилення) при вимірюванні на площині вальцювання та на площині, перпендикулярній напрямку вальцювання. В центральній частині екструдованих заготовок сплаву Al-Li мікротвердість була вищою (до 25 %), ніж на периферії.

Методом мікроіндентування показано, що в результаті багатостадійної термо-механічної обробки з завершальним чотирипрохідним РККП за маршрутом В_С заготовок магнієвого сплаву AZ31 формується практично однорідна УДЗ мікроструктура.

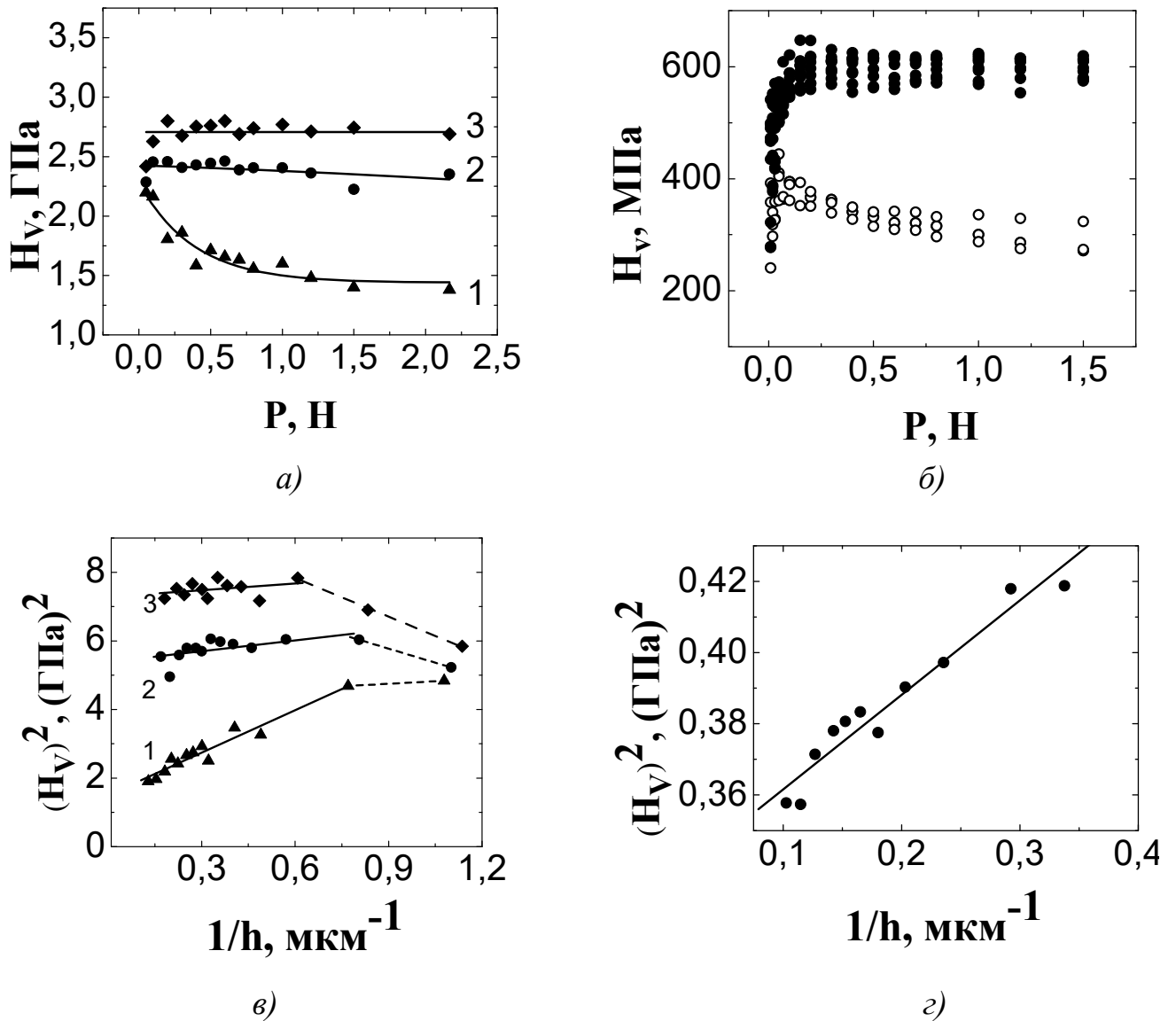


Рис. 5. Залежності мікротвердості зразків титану ВТ1-0 у стані поставки (1) та після вальцювання до деформації $\epsilon = -0,6$ (2) та $\epsilon = -1,3$ (3) (а, в) і КЗ (○) та УДЗ (●) зразків сплаву Al-3,8 ат.% Li (б, г) від величини навантаження на індентор P (а, б) та глибини проникнення індентора h (в, г). $T = 295$ К.

Достатньо однорідною виявилася структура НК заготовок чистого титану та титану технічної чистоти, отриманих методом кріовальцювання, а також структура заготовок сплаву Al-Li, отриманих методами комбінованої прямої та рівноканальної кутової гідроекструзії. Результати роботи дозволяють зробити висновок, що всі досліджені матеріали цілком придатні для практичного застосування в різних областях, а чистий титан може бути використаний також в медицині. Робота в цілому демонструє суттєву інформативність неруйнівного методу мікроіндентування для характе-

ризації нових матеріалів з високою міцністю, обумовленою специфічною УДЗ і НК структурою.

У п'ятому розділі «Вплив різних внутрішніх і зовнішніх факторів на мікротвердість полікристалів титану і сплавів AZ31 та Al-Li» представлено та проаналізовано залежності мікротвердості від чистоти матеріалу, розміру зерна та температури. Вказані залежності сприяють з'ясуванню механізмів пластичної деформації в досліджених матеріалах.

Досліджено вплив розміру зерна на мікротвердість полікристалічного титану VT1-0, що має ГЦУ ґратку. Встановлено, що при зменшенні розміру зерна від 10 мкм до 35 нм мікротвердість збільшується приблизно в 1,5 рази. Розмір зерна сильніше впливає на мікротвердість ГЦК сплаву Al-Li: мікротвердість збільшується приблизно в 3 рази при зменшенні розміру зерна від 1 мм до 1 мкм. Водночас не зафіксовано помітної різниці між мікротвердістю сплаву AZ31 в КЗ та УДЗ станах. Така незвичайна поведінка ГЦУ сплаву AZ31 пов'язана з текстурою, яка формується в процесі приготування УДЗ стану. Ця текстура сприятлива для базисного ковзання, що є основним у даному магнієвому сплаві.

Звичайно зернограничне зміцнення оцінюють згідно рівнянню Холла-Петча: $H_V = H_{V0} + kd^{-1/2}$, де H_{V0} – мікротвердість монокристала, d – середній розмір зерна, а k – коефіцієнт Холла-Петча. Отримана в роботі залежність $H_V(d^{-1/2})$ для титану VT1-0, відвальцьованого до різного ступеня деформації, може бути апроксимована не одним, як у випадку КЗ матеріалів, а двома лінійними відрізками, коефіцієнти Холла-Петча яких значно відрізняються (рис. 6).

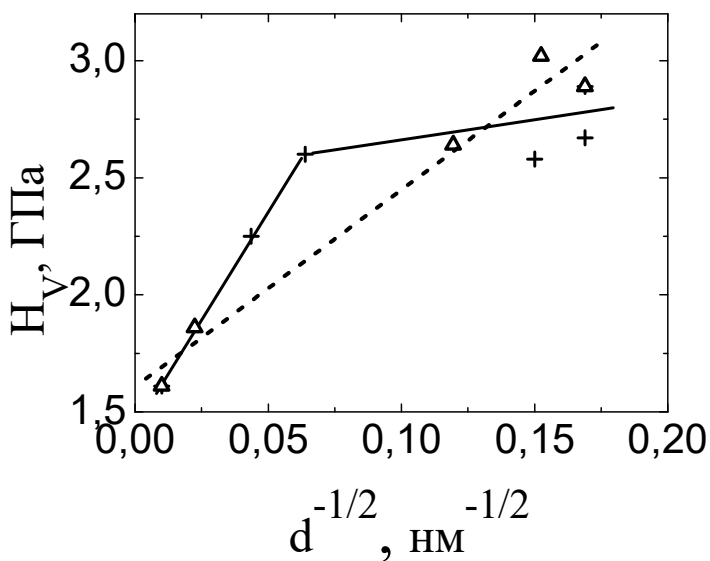


Рис. 6. Залежність мікротвердості титану VT1-0 від розміру зерна: + – розмір зерна змінювали кріовальцьованням до різного ступеня деформації, Δ – розмір зерна змінювали відпалом при різних температурах зразка з зерном ~35 нм. $T = 295$ К, навантаження на індентор $P = 2,2$ Н.

Аналогічну залежність умовної границі текучості від розміру зерна для зразків титану технічної чистоти було виявлено раніше (Zherebtsov S.V. et al. // Acta Mater. – 2013. – Vol. 61. – P. 1167). Зарєєстрована особливість указує на зміну механізму зернограничного зміцнення в матеріалах з ГЦУ ґраткою, схильних до двійникування. При зменшенні розміру зерна контролювальна роль в зміцненні титану переходить від двійникування (високий коефіцієнт Холла-Петча) до внутрішньозеренного пірамідального ковзання (низький коефіцієнт Холла-Петча).

Спостерігалась сильна залежність мікротвердості титану від чистоти: мікротвердість титану VT1-0 в 2,5 рази перевищувала мікротвердість йодидного титану. Це

узгоджується з уявленнями про те, що механізмом, який контролює пластичну деформацію титану VT1-0, є взаємодія дислокацій з домішковими дефектами.

Низькі значення мікротвердості йодидного титану обумовлені як меншою густиною домішкових дефектів, так і можливою зміною механізму деформації, а саме, переходом до контролюваної ролі подолання дислокаціями бар'єрів Пайерлса в особливо чистому титані. Вплив чистоти титану ослаблюється при зменшенні розміру зерна, так що зразки НК чистого та VT1-0 титану з близьким розміром зерна мають приблизно однакову мікротвердість.

Температурні залежності мікротвердості зразків КЗ, УДЗ і НК титану VT1-0 (рис. 7), а також КЗ та УДЗ зразків Al-Li було проаналізовано в припущенні, що кінетика мікродеформації під індентором визначається взаємодією ковзних дислокацій з локальними перешкодами. В рамках цих уявлень вираз для температурної залежності мікротвердості має вигляд:

$$H_V^* = H_{Vc} \left[1 - \left(\frac{T}{T_0} \right)^{1/q} \right]^{1/p}, \quad (1)$$

де $H_V^* = H_V - H_{Vi}$, $H_{Vc} = H_{V0} - H_{Vi}$, H_{Vi} - атермічна компонента мікротвердості (значення H_V при пороговій температурі T_0 , вище якої зникає залежність мікротвер-

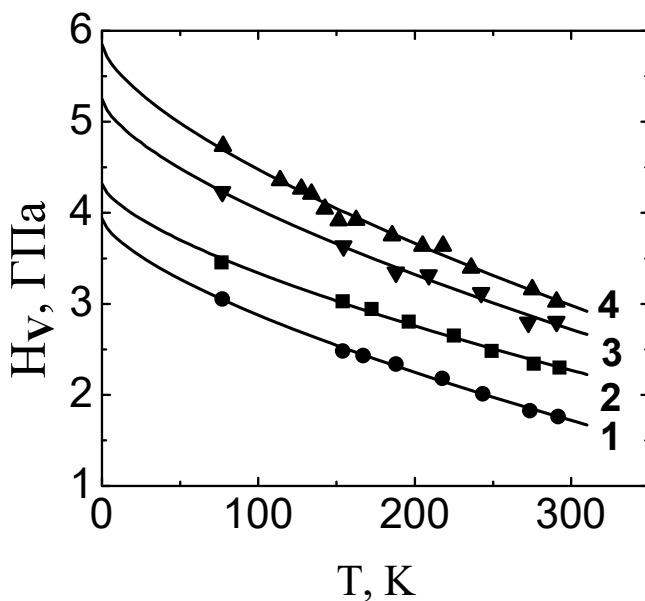


Рис. 7. Температурна залежність мікротвердості титану VT1-0: 1 – стан поставки; 2 – $e = -0,6$; 3 – $e = -1,3$; 4 – $e = -2$. Навантаження на індентор $P = 2,2$ Н. Суцільними лініями показано теоретичні залежності виду (1).

важливої ролі границь зерен як джерел і стоків для дислокацій в НК титані.

Інтенсивна пластична деформація сплаву Al-Li шляхом кутової гідроекструзії привела до значного збільшення мікротвердості, насамперед за рахунок рівня далекої компоненти, обумовленої перешкодами для руху дислокацій, які важко по-

дості від температури), H_{V0} - мікротвердість при $T = 0$ К, p і q – параметри, що залежать від форми потенціального бар'єра, який гальмує ковзання дислокацій. Суцільні лінії на рис. 7 – графіки функції (1) при конкретних значеннях параметрів підгонки H_{Vi} , H_{V0} , T_0 , $p = 1$, $q = 3/2$. В результаті було отримано наступні значення термоактиваційних параметрів: висота потенціального бар'єра $U_0 \approx 0,6$ еВ, активаційний об'єм $V \approx 20 b^3$ для КЗ стану та $U_0 \approx 0,75$ еВ і $V \approx 15 b^3$ для НК стану. Невелика різниця даних параметрів указує на збереження дислокаційного механізму деформації при зменшенні розміру зерна від 10 мкм до 35 нм. Подолання дислокаціями локальних дефектів залишається основним механізмом мікропластичної деформації також і для НК титану. А разом з тим не можна виключати

долати. При цьому спектр локальних бар'єрів, якщо змінився, то незначно: висота потенціального бар'єра збільшилася від $U_0 \approx 0,56$ еВ для КЗ стану до $U_0 \approx 0,58$ еВ для УДЗ стану.

Температурні залежності мікротвердості сплаву AZ31 в КЗ та УДЗ станах виявилися близькими між собою. Оцінка дала величину активаційного об'єму $V \approx 55 b^3$. Опір мікровдавлюванню обумовлений взаємодією ковзних базисних дислокацій з локальними перешкодами, незалежно від структурного стану сплаву AZ31.

У шостому розділі «Локальне зміцнення в процесі деформації та пластичність зразків НК Ті та УДЗ сплавів AZ31 і Al-Li» розглянуто питання, пов'язані зі зниженою пластичністю (низькі значення граничної деформації до руйнування) матеріалів з малим розміром зерна. Оцінено та проаналізовано параметри, що характеризують пластичність при індентуванні (чистий титан). Викладено результати дослідження методом мікроіндентування структурного стану, що формується в процесі розтягання з постійною швидкістю зразків НК титану та УДЗ сплавів AZ31 та Al-Li.

Методом мікроіндентування встановлено, що високоміцний НК стан чистого титану характеризується низьким ресурсом пластичності: безрозмірний параметр δ_H , який визначає частку пластичної деформації в загальній деформації під індентором (Milman Yu.V. et al. // Acta Mater. – 1993. – Vol. 41. – P. 2523), суттєво зменшується зі зменшенням зерна до нанометрових розмірів. Експерименти з мікроіндентування розтягнутих зразків НК титану ВТ1-0 показали, що НК структура, отримана кріоальцюванням, достатньо стійка відносно подальшої механічної обробки.

У випадку сплаву AZ31, що має, як і титан, ГЦУ ґратку, але іншу основну систему ковзання (базисну), вирішальну роль в опорі пластичній деформації та в деформаційному зміцненні грає текстура, вихідна або яка формується в процесі розтягу зразка.

Показано, що локалізована пластична деформація в УДЗ сплаві Al-Li при $T > 77$ К і НК титану не супроводжується помітним деформаційним зміцненням. У зразку титану ВТ1-0 збільшення мікротвердості в зоні шийки, де величина деформації досягає більше 100 %, не перевищує 10 % відносно мікротвердості вихідного зразка. В зразках сплаву Al-Li при температурах 295 К і 350 К зміцнення в процесі деформації взагалі відсутнє, відбувається сильна локалізація деформації та подальше руйнування. Для зразків УДЗ сплаву Al-Li, продеформованих при температурах $T \leq 77$ К, встановлено кореляцію між локальною мікротвердістю $H_V(x)$ (x – координата вздовж осі зразка) та локальною деформацією $\epsilon(x)$ (вимірювалася шляхом нанесення міток на поверхню вихідного зразка перпендикулярно до його осі) (рис. 8).

Збільшення $H_V(x)$ порівняно з мікротвердістю вихідного зразка пов'язано з накопиченням в процесі деформації дефектів кристалічної ґратки, головним чином дислокацій, та характеризує локальне зміцнення матеріалу, спричинене деформацією. Тому залежності $H_V(\epsilon)$ можна вважати аналогом деформаційних кривих $\sigma(\epsilon)$, що мають, однак, локальний, а не усереднений по зразку, характер.

З рис. 8 видно, що кореляція між величинами H_V та локальної деформації ϵ спостерігається лише при температурах деформації $T \leq 77$ К (рис. 8, а, б). При більш високих температурах деформація не супроводжується зростанням мікротвердості (деформаційним зміцненням) (рис. 8, в, г). Причиною такої поведінки можуть бути

як процеси анігіляції дислокацій, що протікають активніше при підвищенні температури, так і дія зерен як стоків дислокацій.

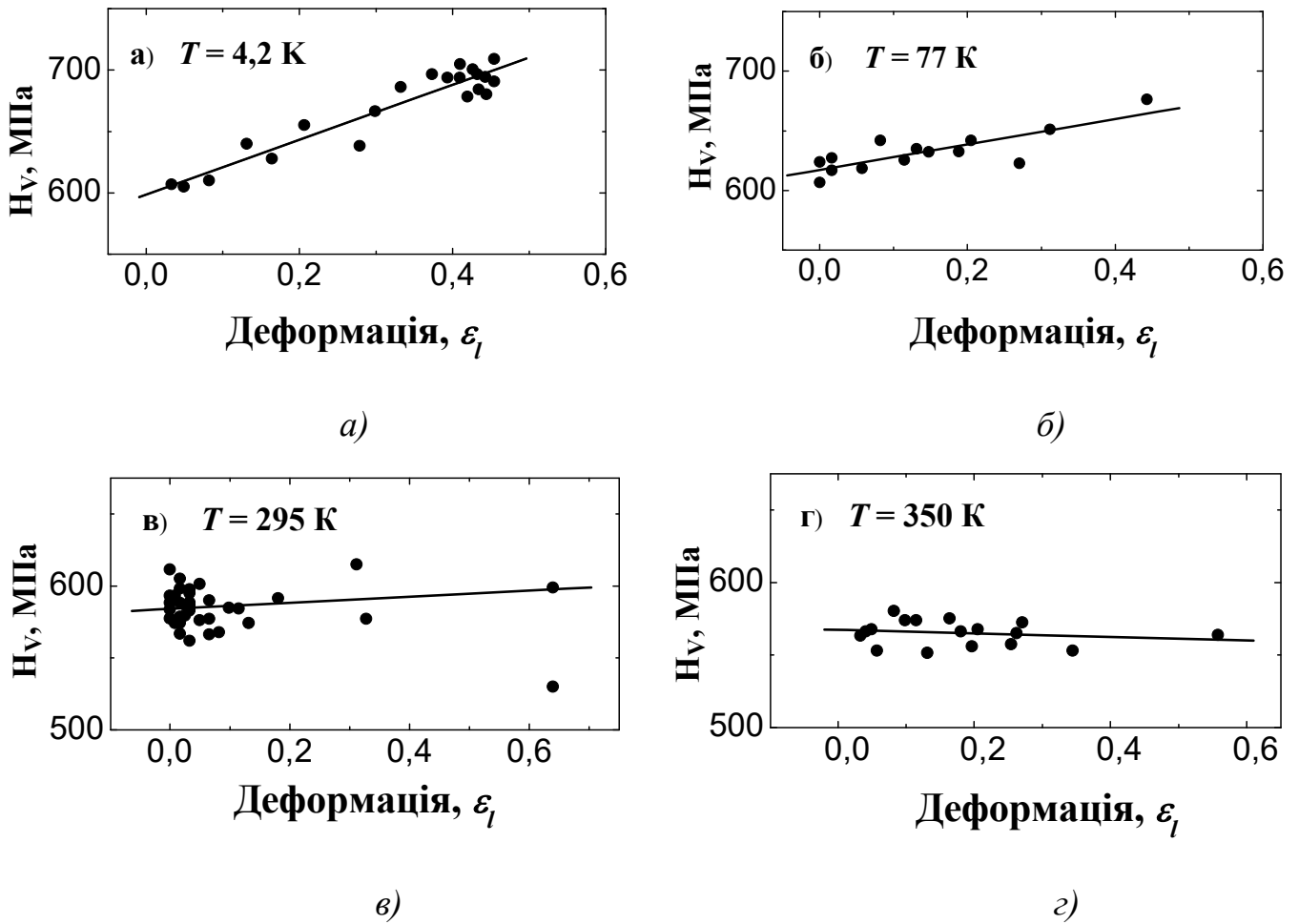


Рис. 8. Залежність мікротвердості від локальної деформації ε_l УДЗ зразка сплаву Al-3,8 ат.% Li (діаметр зерна $d \approx 2$ мкм), деформованого до розриву при низьких і підвищених температурах: (а) 4,2 К, (б) 77 К, (в) 295 К, (г) 350 К.

ВИСНОВКИ

В дисертаційній роботі отримано нові та важливі результати, які стосуються механічних властивостей консолідованих наноматеріалів (фулерит C_{70} і нанокристалічний (НК) титан) та ультрадрібнозернистих (УДЗ) сплавів (AZ31 та Al-Li). Практичне значення роботи визначається вперше отриманими відомостями про низькотемпературну пластичність монокристалів C_{70} , а також успішним застосуванням методу мікроіндентування для дослідження однорідності та стійкості структури сучасних перспективних НК та УДЗ матеріалів. Для оптимізації режимів зеренної фрагментації титану, з метою його зміцнення, важливими є відомості відносно залежності мікротвердості від ступеня деформації при вальцюванні. Результати роботи є суттєвим внеском у вирішення наукових задач, спрямованих на з'ясування механізмів пластичної деформації та руйнування фулеритів, НК і УДЗ матеріалів. Отримані ре-

зультати представлено у вигляді декількох груп положень, об'єднаних загальною науковою проблемою.

I. Механізми пластичної деформації наноматеріалів.

1. Установлено, що пластична деформація ГЦУ кристалів фулериту C_{70} реалізується в результаті руху дислокацій в системі ковзання $(0001)[11\bar{2}0]$.

2. Показано, що дислокаційний механізм деформації полікристалів титану VT1-0 зберігається до найменших (~ 35 нм) розмірів зерен, а основними перешкодами для руху дислокацій, незалежно від розміру зерна, є локальні дефекти.

II. Аномалії в точці фазового переходу.

В кристалах фулериту C_{70} вперше виявлено особливість у вигляді зламу на температурній залежності мікротвердості поблизу температури переходу, обумовлену впливом орієнтаційного впорядкування молекул C_{70} на рухливість дислокацій.

III. Локалізація деформації як причина низької пластичності УДЗ і НК матеріалів.

Установлено, що причиною сильної локалізації деформації зразків НК титану та УДЗ сплаву Al-Li, деформованих розтягом при температурах $T \geq 295$ К, є відсутність деформаційного зміцнення матеріалу.

IV. Анізотропія мікропластичної деформації.

1. Установлено та детально вивчено первинну, пов'язану зі структурою кристалічної ґратки, анізотропію мікротвердості монокристалів C_{70} . Виявлено ослаблення анізотропії зі зниженням температури, що вказує на збільшення ролі інших, додаткових до основної, систем ковзання.

2. Методом мікроіндентування вивчено вторинну анізотропію механічних властивостей досліджених УДЗ і НК матеріалів, обумовлену формуванням текстури в процесі їх приготування. При подрібненні зерна методом рівноканального кутового пресування (РККП) у сплаві AZ31 формується текстура, сприятлива для базисного ковзання, що критично впливає на механічні характеристики УДЗ зразків.

V. Розмірні ефекти в пластичності є наслідком наявності великих градієнтів деформації, обумовлених спеціальними видами навантаження або неоднорідністю структури досліджуваного матеріалу.

1. Показано, що залежність мікротвердості від розміру відбитка (розмірний ефект при індентуванні) для всіх вивчених металічних зразків обумовлена суперпозицією двох ефектів: градієнтом мікромеханічних властивостей в поверхневому шарі та утворенням геометрично необхідних дислокацій, що забезпечують формування відбитка.

2. На залежності мікротвердості титану VT1-0 від розміру зерна в координатах Холла-Петча виявлено два лінійних відрізки з нахилами, які суттєво відрізняються один від одного. На першому відрізку (розмір зерна ≥ 250 нм) пластичну деформацію полікристалічного титану контролює двійникування (високий коефіцієнт Холла-Петча), на другому відрізку – пірамідальне ковзання (низький коефіцієнт Холла-Петча).

3. Зафіксовано аномальний вплив розміру зерна на мікротвердість в сплаві AZ31: очікуване зміцнення при зменшенні розміру зерна повністю компенсується знеміцненням, обумовленим текстурою, що формується в УДЗ матеріалі в результаті його приготування методом РККП.

СПИСОК ОПУБЛІКОВАНИХ ПРАЦЬ ЗА ТЕМОЮ ДИСЕРТАЦІЇ

Статті в наукових журналах

1. Фоменко Л.С. Микромеханические свойства нанокристаллического титана, полученного криопрокаткой / Л.С. Фоменко, **А.В. Русакова**, С.В. Лубенец, В.А. Москаленко // ФНТ. – 2010. – Т. 36, № 7. – С. 809–818.

2. Эстрин Ю.З. Однородность структуры и низкотемпературные микромеханические свойства ультрамелкозернистого магниевого сплава AZ31 / Ю.З. Эстрин, Л.С. Фоменко, С.В. Лубенец, **А.В. Русакова** // ФНТ. – 2011. – Т. 37, № 6. – С. 677–684.

3. Лубенец С.В. Микромеханические свойства монокристаллов фуллерита C_{70} в интервале температур 77 – 350 К / С.В. Лубенец, В.Д. Нацик, Л.С. Фоменко, **А.В. Русакова**, Ю.А. Осипьян, В.И. Орлов, Н.С. Сидоров, А.Н. Изотов // ФНТ. – 2012. – Т. 38, № 3. – С. 286–295.

4. Русакова А.В. Структурная однородность нанокристаллического титана VT1-0. Низкотемпературные микромеханические свойства / **А.В. Русакова**, С.В. Лубенец, Л.С. Фоменко, В.А. Москаленко // ФНТ. – 2012. – Т. 38, № 10. – С. 1240–1250.

5. Русакова А.В. Низкотемпературные микромеханические свойства отожженного и гидроэкструдированного сплава Al-3,8 ат.% Li / **А.В. Русакова**, С.В. Лубенец, Л.С. Фоменко, П.А. Забродин // ФНТ. – 2014. – Т. 40, № 3. – С. 330–339.

6. A.V. Rusakova. Micromechanical properties of VT1-0 titanium cryorolled to various degrees of strain / **A.V. Rusakova**, S.V. Lubenets, L.S. Fomenko, V.A. Moskalenko, and A.R. Smirnov // Low Temperature Physics. – 2015. – V. 41, № 8. – P. 649–658.

Труди та тези конференцій

7. Фоменко Л.С. Микротвердость нанокристаллического титана в интервале температур 77 – 300 К / Л.С. Фоменко, **А.В. Русакова**, С.В. Лубенец, В.А. Москаленко, А.Р. Смирнов // Сборник тезисов 9-й Международной конференции «Фізичні явища в твердих тілах», Харьков. – 2009. – С. 26.

8. Русакова А.В. Изучение структурной однородности нанокристаллического титана, полученного криопрокаткой / **А.В. Русакова**, Л.С. Фоменко // Сборник тезисов IV Университетской научно-практической конференции магистрантов НТУ «ХПИ», Харьков. – 2010. – С. 123–125.

9. Лубенец С.В. Микромеханические свойства ультрамелкозернистого магниевого сплава AZ31 / Лубенец С.В., Фоменко Л.С., **Русакова А.В.**, Эстрин Ю.З. // Сборник тезисов 49-й Международной конференции «Актуальные проблемы прочности», Киев. – 2010. – С. 68.

10. Русакова А.В. Микромеханические свойства технического титана VT1-0 с разным размером зерна / **Русакова А.В.**, Фоменко Л.С., Лубенец С.В., Москаленко В.А., Смирнов А.Р. // Сборник тезисов LI Международной конференции «Актуальные проблемы прочности», Харьков. – 2011. – С. 343.

11. Rusakova A.V. Low temperature micromechanical properties of new ultrafine-grained and nanocrystalline materials / **A.V. Rusakova** // Book of abstracts of II International Conference for Young Scientists «Low temperature physics - 2011», Kharkiv. – 2011. – P. 124.

12. Rusakova A.V. Characterization of ultra-fine grained and nanocrystalline materials by microindentation / **A.V. Rusakova**, L.S. Fomenko, S.V. Lubenets // Book of abstracts of 12th International symposium on physics of materials, Prague. – 2011. – P. 33.

13. Русакова А.В. Микромеханические свойства нанокристаллического титана разной чистоты / **Русакова А.В.**, Фоменко Л.С., Лубенец С.В., Москаленко В.А. // Сборник тезисов 3-й Международной конференции *HighMatTech*, Киев. – 2011. – С. 287.

14. Забродин П.А. Влияние размера зерна и температуры на локализацию пластической деформации в сплаве Al-Li / П.А. Забродин, **А.В. Русакова** // Сборник тезисов 10-й Международной конференции «Фізичні явища в твердих тілах», Харьков. – 2011. – С. 97.

15. Забродин П.А. Влияние размера зерна и температуры на локализацию пластической деформации при растяжении Al и Al-Li / Забродин П.А., Исаев Н.В., **Русакова А.В.** // Сборник тезисов Международной конференции «XX Петербургские чтения по проблемам прочности», Санкт-Петербург. – 2012. – С. 105-108.

16. Русакова Анна. Характеризация структуры и изучение микромеханических свойств нанокристаллических и ультрамелкозернистых ГПУ материалов / **Русакова Анна** // Сборник тезисов Международной научной конференции студентов и молодых ученых по теоретической и экспериментальной физике «Эврика-2012», Львов. – 2012. – E10.

17. Rusakova A.V. Structure characterization and study of micromechanical properties of NC titanium processed by cryorolling / **A.V. Rusakova** // Book of abstracts of III International Conference for Young Scientists «Low temperature physics - 2012», Kharkiv. – 2012. – P. 143.

18. Русакова Ганна. Низькотемпературні мікромеханічні властивості нанокристалічного титану різної чистоти / **Ганна Русакова** // Збірник тез Міжнародної наукової конференції студентів і молодих науковців з теоретичної та експериментальної фізики «Еврика-2013», Львів. – 2013. – D 18.

19. Rusakova A.V. Micromechanical properties of ultrafine-grained alloy Al-3.8at.% Li / **Rusakova A.V.**, Zabrodin P.A. // Book of abstracts of IV International Conference for Young Scientists «Low temperature physics - 2013», Kharkiv. – 2013. – P. 103.

20. Rusakova A.V. Low temperature micromechanical properties of nanocrystalline titanium VT1-0 / **A.V. Rusakova**, L.S. Fomenko, S.V. Lubenets, V.A. Moskalenko, A.R. Smirnov // Book of abstracts of International research and practice conference «Nanotechnology and Nanomaterials» (NANO-2013)), Bukovel. – 2013. – P. 155.

21. Русакова А.В. Микромеханические свойства ультрамелкозернистого сплава Al-Li / **Русакова А.В.**, Лубенец С.В., Фоменко Л.С., Забродин П.А. // Сборник тезисов V Международной конференции «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов», Москва. – 2013. – С. 355-356.

22. Русакова А.В. Микромеханические свойства крупно- и ультрамелкозернистого сплава Al-3.8at.% Li в интервале температур 77 – 295 К / **Русакова А.В.**, Лубенец С.В., Фоменко Л.С., Забродин П.А. // Сборник тезисов 11-й Международной конференции «Фізичні явища в твердих тілах», Харьков. – 2013. – С. 147.

23. Русакова Ганна. Низькотемпературні мікромеханічні властивості крупно- та ультрадрібнозернистого сплава Al-3.8at.% Li / **Ганна Русакова**, Павло Забродін // Збірник тез Міжнародної наукової конференції студентів і молодих науковців з теоретичної та експериментальної фізики «Еврика-2014», Львів. – 2014. – С. 130.

24. Rusakova A.V. Structure and micromechanical properties of titanium VT1-0 obtained by cryorolling to different degree of strain / **A.V. Rusakova** // Book of abstracts of V International Conference for Young Scientists «Low temperature physics - 2014», Kharkiv. – 2014. – P. 129.

25. Русакова А.В. Структура и микромеханические свойства ультрамелкозернистого и нанокристаллического титана VT1-0, полученного криопротаткой до разной степени деформации / **Русакова А.В.**, Лубенец С.В., Фоменко Л.С., Москаленко В.А., Смирнов А.Р. // Сборник тезисов LV Международной конференции «Актуальные проблемы прочности», Харьков. – 2014. – С. 112.

26. Rusakova A.V. Low temperature micromechanical properties of titanium VT1-0 after cryorolling to different degree of strain / **A.V. Rusakova** // Book of abstracts of VI International Conference for Young Scientists «Low temperature physics - 2015», Kharkiv. – 2015. – P. 90.

27. Русакова А.В. Изучение методом микроиндентирования упрочнения титана VT1-0 при криопротатке до деформации $\epsilon = -2$ / **А.В. Русакова**, С.В. Лубенец, Л.С. Фоменко, В.А. Москаленко, А.Р. Смирнов // Сборник тезисов 12-й Международной конференции «Фізичні явища в твердих тілах», Харьков. – 2015. – С. 107.

28. Русакова А.В. Влияние температуры на микромеханические свойства титана и сплава Al-Li / **А.В. Русакова**, С.В. Лубенец, Л.С. Фоменко // Сборник тезисов конференции «Сучасні проблеми фізики металів і металічних систем», Киев. – 2016. – С. 282.

29. Rusakova A.V. Indentation size effect in titanium VT1-0 / **A.V. Rusakova** // Book of abstracts of VII International Conference for Young Scientists «Low temperature physics - 2016», Kharkiv. – 2016. – P. 167.

АНОТАЦІЯ

Русакова Г. В. Низькотемпературні мікромеханічні властивості нових ультрадрібнозернистих і наноструктурних матеріалів. – Рукопис.

Дисертація на здобуття наукового ступеня кандидата фізико-математичних наук за спеціальністю 01.04.07 – фізика твердого тіла. – Фізико-технічний інститут низьких температур імені Б. І. Веркіна НАН України, Харків, 2017.

Дисертація присвячена вирішенню низки наукових задач, спрямованих на з'ясування механізмів пластичної деформації та руйнування представників двох важливих класів консолідованих наноматеріалів – фулериту C_{70} і нанокристалічного титану, отриманого методом кріовальцювання, а також ультрадрібнозернистих сплавів Al-Li та AZ31 (Mg-3 ваг. % Al, 1 ваг. % Zn, 0,2 ваг. % Mn), отриманих за допомогою різних способів інтенсивної пластичної деформації. Методом мікроіндентування вивчено основні закономірності мікропластичності зазначених матеріалів в інтервалі температур 77-300 К.

Принципову новизну мають результати, одержані при вивченні фулериту C_{70} : визначено основну систему ковзання $(0001)[11\bar{2}0]$; одержано температурну залежність мікротвердості в інтервалі 77-350 К, на якій виявлено особливість у вигляді злому при температурі $T=276$ К орієнтаційного фазового перетворення «деформована гексагональна щільноупакована ґратка \rightarrow моноклінна ґратка»; встановлено та докладно вивчено анізотропію пластичної течії при індентуванні та дислокаційні механізми пластичної деформації.

Одержано і проаналізовано залежності мікротвердості за Віккерсом полікристалічного титану від чистоти, ступеню кріовальцювання, розміру зерна в межах від 10 мкм до 35 нм і температури. Встановлено білінійний характер залежності мікротвердості титану VT1-0 від розміру зерна в координатах Холла-Петча. Оцінено активіційні параметри дислокаційної пластичної деформації під індентором вивчених матеріалів. Найбільш вірогідними перешкодами для руху дислокацій, незалежно від розміру зерна, є локальні бар'єри – домішкові атоми та дислокації лісу. Показано, що процес зміцнення титану в результаті низькотемпературного вальцювання протікає з насиченням, що представляє інтерес з точки зору оптимізації режиму термомеханічної обробки.

Ключові слова: фулерит C_{70} , НК титан, УДЗ сплави Al-Li і AZ31, мікротвердість за Віккерсом, низькотемпературна мікропластичність.

АННОТАЦІЯ

Русакова А. В. Низькотемпературные микромеханические свойства новых ультрамелкозернистых и наноструктурных материалов. – Рукопись.

Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 – физика твердого тела. – Физико-технический институт низких температур имени Б. И. Веркина НАН Украины, Харьков, 2017.

Диссертация посвящена решению ряда научных задач, направленных на выяснение механизмов пластической деформации и разрушения представителей двух важных классов консолидированных наноматериалов - фуллерита C_{70} и нанокристаллического (НК) титана, полученного методом криопротекции, а также ультрамелкозернистых (УМЗ) сплавов Al-Li и AZ31 (Mg-3 вес. % Al, 1 вес. % Zn, 0,2 вес. % Mn), полученных разными способами интенсивной пластической деформации (ИПД). С помощью метода микроиндентирования, чрезвычайно удобного при изучении таких малых объектов, как монокристаллы C_{70} , и при небольшом количестве исследуемого НК или УМЗ вещества, изучены основные закономерности микропластичности указанных материалов в интервале температур 77-300 К.

Принципиальную новизну имеют данные, полученные при изучении фуллерита C_{70} : определена основная система скольжения – $(0001)[11\bar{2}0]$; установлена и подробно изучена анизотропия пластического течения при индентировании, обнаружено уменьшение степени анизотропии с ростом нагрузки и с понижением температуры, что указывает на изменение вклада дополнительных к основной систем скольжения; получена температурная зависимость микротвердости по Виккерсу H_v в интервале 77-350 К, на которой выявлена особенность в виде излома при темпера-

туре $T = 276$ К ориентационного фазового перехода «деформированная гексагональная плотноупакованная решетка → моноклинная решетка»; в процессе охлаждения кристалла при данной температуре осуществляется переход от атермичности ($T > 276$ К) к сильной температурной зависимости микротвердости ($T < 276$ К); эти особенности связаны с влиянием на подвижность дислокаций их взаимодействия с вращательными степенями свободы молекул C_{70} .

Для всех исследованных поликристаллов (Ti, AZ31, Al-Li) с разным размером зерна получены зависимости микротвердости от величины нагрузки на индентор P (глубины внедрения индентора). Зависимости $H_V(P)$ имели вид либо восходящих кривых (увеличение микротвердости с уменьшением нагрузки), либо кривых с максимумом в области малых нагрузок. При больших нагрузках зависимости $H_V(P)$ выходили на насыщение. Влияние нагрузки на величину микротвердости существенно ослаблялось для упрочненных материалов с малым размером зерна. На основе обобщения полученных результатов по зависимости микротвердости от размера отпечатка для всех изученных металлических образцов сделан вывод о том, что наблюдаемый размерный эффект при индентировании обусловлен суперпозицией двух факторов: градиентом микромеханических свойств в поверхностном слое и образованием геометрически необходимых дислокаций, обеспечивающих формирование отпечатка.

Согласно данным микроиндентирования методика низкотемпературной прокатки Ti создает достаточно однородную структуру с малым разбросом величины микротвердости относительно среднего значения. Увеличение микротвердости с ростом криодеформации хорошо описывается модифицированным законом Воше, предсказывающим асимптотическое насыщение упрочнения по мере увеличения криодеформации. Данный результат представляет интерес с точки зрения оптимизации режима термомеханической обработки, если целью фрагментации зерна является получение высокопрочного состояния.

Получены и проанализированы зависимости микротвердости поликристаллического титана от чистоты, степени криопротекции, размера зерна в пределах от 10 мкм до 35 нм и температуры. На зависимости микротвердости титана VT1-0 от размера зерна в координатах Холла-Петча выявлены не один, как в случае крупнозернистых (КЗ) материалов, а два линейных участка с сильно отличающимися наклонами. На первом участке (размер зерна ≥ 250 нм) контролирующую роль в пластической деформации поликристаллического Ti играет двойникование (высокий коэффициент Холла-Петча), на втором участке – пирамидальное скольжение (низкий коэффициент Холла-Петча). Аномальное влияние размера зерна на микротвердость зафиксировано в сплаве AZ31: упрочнение при 100-кратном уменьшении размера зерна полностью компенсировалось разупрочнением, обусловленным благоприятной для базисного скольжения текстурой, формирующейся в процессе приготовления УМЗ материала методом РКУП.

Оценены активационные параметры пластической деформации под индентором в изученных материалах. Слабое влияние размера зерна на величины активационного объема и энергии активации титана VT1-0 позволили заключить, что дислокационный характер деформации сохраняется и в НК титане, а основными препят-

ствиями для движения дислокаций, независимо от размера зерна, являются локальные препятствия – примесные атомы внедрения и дислокации леса. ИПД путем угловой гидроэкструзии привела к значительному увеличению микротвердости сплава Al-Li, прежде всего за счет уровня дальнедействующей компоненты; при этом спектр локальных барьеров, если и изменился, то незначительно. Температурные зависимости микротвердости КЗ и УМЗ образцов сплава AZ31 оказались близкими между собой. Сопротивление микровдавливанию, очевидно, обусловлено взаимодействием скользящих базисных дислокаций с локальными препятствиями как в КЗ, так и в УМЗ состояниях.

Методом микроиндентирования исследовано структурное состояние, формирующееся в процессе растяжения с постоянной скоростью образцов НК Ti и УМЗ сплавов AZ31 и Al-Li, а также КЗ образцов указанных материалов. Для образцов УМЗ сплава Al-Li, продеформированных при температурах $T \leq 77$ К, установлена корреляция между локальной микротвердостью $H_V(x)$ (x – координата вдоль оси образца) и локальной деформацией $\varepsilon_l(x)$ (измерялась путем нанесения меток на поверхность исходного образца перпендикулярно его оси). Увеличение $H_V(x)$ по сравнению с микротвердостью исходного образца связано с накоплением в процессе деформации дефектов кристаллической решетки, главным образом, дислокаций, и характеризует локальное упрочнение материала, вызванное деформацией. Поэтому зависимости $H_V(\varepsilon_l)$ можно рассматривать как аналог деформационных кривых $\sigma(\varepsilon)$, имеющий, однако, локальный, а не усредненный по образцу, характер. При более высоких температурах (295 К и 350 К) деформация УМЗ сплава Al-Li не сопровождалась ростом микротвердости (деформационным упрочнением); при этом наблюдалась сильная локализация пластической деформации, приводящая к разрушению при низких значениях общей деформации образца. Причиной такого поведения могут являться как процессы аннигиляции дислокаций, протекающие активнее при повышении температуры, так и действие границ зерен как стоков дислокаций.

Ключевые слова: фуллерит C_{70} , НК титан, УМЗ сплавы Al-Li и AZ31, микротвердость по Виккерсу в интервале 77-350 К, низкотемпературная микропластичность.

ABSTRACT

A. V. Rusakova. Low temperature micromechanical properties of new ultrafine-grained and nanostructural materials. – Manuscript.

Thesis for a candidate's degree in physics and mathematics by speciality 01.04.07 – solid state physics. – B. I. Verkin Institute for Low Temperature Physics and Engineering, NAS of Ukraine, Kharkiv, 2017.

The thesis is devoted to the solution of a number of the scientific problems seeking to elucidate the mechanisms of plastic deformation and failure of the representatives of two important classes of the consolidated nanomaterials – fullerite C_{70} and nanocrystalline titanium obtained by cryorolling, and ultrafine-grained alloys Al-Li and AZ31 (Mg-3 wt. % Al, 1 wt. % Zn, 0.2 wt. % Mn) obtained by different methods of severe plastic deformation. The fundamental laws of the microplasticity of the mentioned materials were studied by microindentation in the temperature range 77-350 K.

The results obtained in studies of fullerite C₇₀ are fundamentally new: the primary slip system (0001)[11 $\bar{2}$ 0] was determined; the temperature dependence of microhardness in the temperature range 77-350 K was got, on the dependence the feature as kink at the temperature $T = 276$ K of the orientational phase transfer «deformed close-packed hexagonal lattice \rightarrow monoclinic lattice» was discovered; the anisotropy of plastic flow at the indentation and the dislocation mechanisms of plastic deformation were established and studied in detail.

The dependences of Vickers microhardness of polycrystalline titanium on purity, cryorolling degree, grain size in the range from 10 μm to 35 nm and temperature were obtained and analyzed. The bilinear character of the dependence of microhardness of VT1-0 titanium on grain size in the Hall-Petch coordinates was established. The activation parameters of dislocation plastic deformation under the indenter of the studied materials were estimated. The most probable obstacles for the dislocation motion regardless of grain size are the local barriers – impurity atoms and forest dislocations. It was shown that the process of strengthening of titanium has occurred with saturation with the strain imposed through the low temperature rolling. It is of interest for the optimization of the thermomechanical treatment regime.

Keywords: fullerite C₇₀, NC titanium, UFG alloys Al-Li and AZ31, Vickers microhardness, low temperature microplasticity.