

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

Погрібна Юлія Михайлівна

УДК 538.951; 539.261; 669.295

**МЕХАНІЗМИ ФОРМУВАННЯ ТА МІКРОСТРУКТУРНІ
ХАРАКТЕРИСТИКИ НАНОКРИСТАЛІЧНОГО СТАНУ
ТИТАНУ, ОТРИМАНОВОГО КРІОДЕФОРМАЦІЄЮ**

01.04.07 – фізика твердого тіла

АВТОРЕФЕРАТ
дисертації на здобуття наукового ступеня
кандидата фізико-математичних наук

Харків – 2021

Дисертацією є рукопис.

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

Науковий керівник: кандидат фізико-математичних наук, старший науковий співробітник **Москаленко Владислав Андрійович**, Фізико-технічний інститут низьких температур ім. Б.І. Веркіна НАН України, старший науковий співробітник відділу фізики реальних кристалів.

Офіційні опоненти: доктор фізико-математичних наук, професор **Зубарєв Євгеній Миколайович**, Національний технічний університет «Харківський політехнічний інститут» МОН України, кафедра фізики металів та напівпровідників.

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 «29» вересня 2021 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 «27» серпня 2021 р.

Вчений секретар
спеціалізованої вченої ради Д 64.175.03



О. І. Юзефович

ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА РОБОТИ

Актуальність теми. Дослідження наноматеріалів і технологій їх отримання є важливим напрямком сучасної фізики твердого тіла та фізичного матеріалознавства. Фундаментальний та прикладний інтерес до вивчення матеріалів даного класу пов'язаний з широким спектром їх унікальних конструкційних і функціональних властивостей, які обумовлені наноструктурним станом. Зокрема, розширення сфери застосування металів з гексагональними щільноупакованими (ГЩУ) кристалічними ґратками, таких як титан, цирконій та інші, на даний час пов'язують з необхідністю розробки методів формування наноструктурного стану, який забезпечує багаторазове підвищення характеристик міцності, збереження біосумісності та біоактивності, корозійної і радіаційної стійкості.

При застосуванні спеціальних технологічних підходів розмір зерна полікристалічних матеріалів може бути зменшеним до значень десятків нанометрів. Основні методи виготовлення об'ємних ультрадрібнозернистих (УДЗ) і нанокристалічних (НК) металів і сплавів, що складають клас наноструктурних (НС) матеріалів, пов'язані з використанням сильних пластичних деформацій (СПД). Проте, застосування найпоширенішого з них – рівноканального кутового пресування (РККП), для металів з ГЩУ ґратками дозволяє отримати наноструктурні заготовки лише з субмікронним розміром зерна. В той час як більш значний інтерес становлять дослідження та методи отримання НК матеріалів з розміром зерна менше 100 нм, коли можна очікувати на прояв нових, незвичайних фізико-механічних властивостей.

До певного часу проблемою, що стримувала дослідження унікальних властивостей НК металів з ГЩУ ґраткою була відсутність можливості отримання зразків з розміром зерна менше 100 нм. Ця перешкода була успішно подолана завдяки використанню нещодавно запропонованого методу кріомеханічної фрагментації зерна (КМФЗ). Застосування даного методу є єдиною можливістю на даний час отримувати НК титан з зерном в декілька десятків нанометрів та з унімодальним (в діапазоні 100 нм) розподілом за розмірами.

КМФЗ метод був запропонований базуючись на загальних уявленнях про схильність ГЩУ металів до деформації двійникуванням і може розглядатися як поширення стандартних методів обробки металів тиском (вальцювання, волочіння, кування та інші) на область низьких температур. Реалізація вказаного методу з використанням деформації вальцюванням при температурі рідкого азоту дозволила вперше одержати нанокристалічний титан з середнім розміром зерна близько 30 нм (Москаленко В. А. и др. – ФНТ. – 2009. – Т. 35. – С. 1160). В продовження виконаних раніше досліджень важливою і **актуальною** стає задача встановлення фізичного механізму формування нанокристалічного стану, базуючись на комплексному дослідженні процесу еволюції мікроструктури при кріодеформації, а також отримання контрольованого за розміром наномасштабного зерна з метою оптимізації

конструкційних і функціональних властивостей НК титану та інших ГЦУ металів.

Зв'язок роботи з науковими програмами, планами, темами.

Результати дослідження, які склали зміст дисертаційної роботи, отримані у відділі Фізики реальних кристалів Фізико-технічного інституту низьких температур ім. Б.І. Веркіна НАН України в рамках тематичного плану інституту відповідно до відомчих тем: «Фізико-механічні властивості нанокристалічних, ультрадрібнозернистих та аморфних твердих тіл в умовах низьких та наднизьких температур» (№ державної реєстрації: 0112U002638, шифр 1.4.10.8.10 термін виконання 2010 – 2014 рр.); «Дослідження механізму керованого формування об'ємного нанокристалічного стану титану з метою розроблення фізичних основ технології виготовлення нових функціональних матеріалів» проект в рамках Державної цільової науково-технічної програми «Нанотехнології та наноматеріали» (номер держреєстрації 0110U006594, термін виконання 2010 – 2014 рр.); «Дослідження закономірностей та механізмів низькотемпературної деформації сучасних структурно модифікованих матеріалів» (№ державної реєстрації 0115U001160, шифр 1.4.10.8.11, термін виконання 2015 – 2017 рр.); «Фізичні механізми непружної деформації наноструктурних кристалічних матеріалів, високоентропійних сплавів і полімерних композицій в умовах помірного й глибокого охолодження» (№ державної реєстрації 0118U003109, шифр 1.4.10.8.12, термін виконання 2018 - 2020 рр.).

Мета і основні завдання дослідження. Метою роботи є встановлення фізичних механізмів формування НК стану титану технічної чистоти ВТ1-0 з визначенням основних характеристик деформаційної мікроструктури, отриманої в результаті кріодеформації.

Для досягнення поставленої мети були визначені наступні *завдання*:

1. Визначити вплив ступеня деформації при температурі рідкого азоту на розмір зерна/кристаліту з досягненням його граничного наномасштабного розміру.

2. Дослідити процеси формування мікроструктури та встановити зв'язок залежності розміру зерна/кристаліту від ступеня кріодеформації з активністю дислокаційного ковзання та двійникування.

3. Вивчити вплив ступеня обтиснення вальцюванням при температурі рідкого азоту на рентгеноструктурні характеристики.

4. Дослідити анізотропію мікроструктурних характеристик та їх зв'язок з анізотропією умовної межі плинності НК титану.

5. Дослідити термічну стабільність титану з УДЗ і НК структурним станом, отриманим в результаті кріодеформації.

Об'єкт дослідження – процес еволюції та характеристики деформаційної мікроструктури, отриманої при кріовальцюванні.

Предмет дослідження – фізичні механізми формування НК стану титану при кріодеформації.

Методи дослідження. Використовувався комплекс відомих експериментальних методів дослідження мікроструктури і механічних властивостей твердих тіл: оптична і трансмісійна електронна мікроскопія, рентгенівська дифрактометрія, а також методи механічних випробувань: квазістатичний розтяг (стиск) і вимірювання мікротвердості.

Наукова новизна одержаних результатів.

1. **Вперше** з'ясовано вплив ступеня деформації вальцюванням до великих значень при ~ 77 К на розмір зерна, як способу формування НК стану титану VT1-0, з виявленням граничного середнього розміру (~ 35 нм).

2. **Вперше** виявлено стадійний характер залежності розміру зерна від ступеня кріодеформації та його відповідність етапам розвитку механічного двійникування. З'ясовано фізичні механізми формування НК стану титану VT1-0 з встановленням контролюючої ролі механічного двійникування в порівнянні з дислокаційним ковзанням.

3. **Вперше** встановлено залежність мікроструктурних характеристик (розміри областей когерентного розсіювання (ОКР)/кристалітів, мікродеформації, тощо) від ступеня кріодеформації, що визначається відносною активністю дислокаційного ковзання і двійникування.

4. **Вперше** спостережена близькість значень розміру зерен/кристалітів до розміру ОКР при досягненні НК стану, що вказує на досконалу внутрішню структуру нанозерен.

5. **Вперше** виявлена морфологічна анізотропія кристалітів НК титану, що є причиною спостереженої анізотропії межі плинності.

6. Встановлена термічна стабільність (нижче ~ 450 °С) наноструктурного стану, сформованого кріомеханічною фрагментацією зерна.

Практичне та наукове значення отриманих результатів. Результати виконаних досліджень показали ефективність методу кріомеханічної фрагментації зерна (КМФЗ) як єдиної на даний час можливості формування високоміцного термічно стабільного НК стану титану з середнім розміром зерна в декілька десятків нанометрів в діапазоні розмірів менше 100 нм. Позитивним результатом реалізації даного методу при застосуванні стандартних способів обробки металів тиском є можливість виготовлення НК заготовок без суттєвих обмежень на розмір та форму.

Наукова значущість отриманих в дисертаційній роботі нових результатів визначається їх важливістю для розширення кола наукових досліджень з вивчення незвичайних властивостей матеріалів даного класу та подальшого розвитку теорії низькотемпературної міцності та пластичної деформації НК матеріалів, зокрема, важливих в прикладному відношенні металів з ГЦУ кристалічною ґраткою.

Особистий внесок здобувача. Автор брала участь у постановці завдань досліджень, плануванні, підготовці і проведенні експериментів. Основні експериментальні результати дисертації отримані автором самостійно. Здобувачкою особисто виконані роботи з одержання зразків титану з різним структурним станом в залежності від ступеня кріодеформації вальцюванням при температурі рідкого азоту та наступних відпалів. Нею безпосередньо були виконані рентгенодифракційні вимірювання, обробка рентгенограм з визначенням рентгеноструктурних параметрів та отримані дані з механічних властивостей. Обговорення, аналіз і трактування експериментальних даних здійснені разом з науковим керівником та іншими співавторами. Здобувач безпосередньо брала участь в підготовці результатів до опублікування у вигляді наукових статей [1-6]; нею були самостійно підготовлені доповіді та зроблені виступи на конференціях [7-19]. Таким чином, особистий внесок здобувача є визначним.

Апробація результатів роботи.

Основні результати досліджень, які викладені в дисертації, доповідались та обговорювались на наступних міжнародних конференціях:

- Міжнародна наукова конференція «Актуальные проблемы прочности» (2014);
- International Conference for Young Scientists “Low Temperature Physics” (2014, 2015);
- International Conference «Nanotechnology and Nanomaterials» (Nano-2018);
- Міжнародна конференція «Сучасні проблеми фізики металів і металічних систем», 2016;
- International Conference for Professionals and for Young Scientists «Low Temperature Physics» (2016, 2017, 2018);
- Міжнародна конференція «Фізичні явища в твердих тілах» (ФЯТТ-2013, 2015, 2017);
- 6-та Міжнародна конференція "Нанотехнології та наноматеріали"(НАНО-2018).

Публікації. Основні результати дисертації викладено в 6 статтях [1-6], які опубліковано у провідних фахових журналах, а також у тезах 13 доповідей на міжнародних конференціях [7-19].

Структура і об'єм дисертації. Дисертація складається з анотації, переліку умовних позначень і скорочень, вступу, п'яти розділів, висновків, переліку використаних джерел з 207 найменувань. Дисертація містить 142 сторінки, включаючи 45 рисунків та 12 таблиць.

ОСНОВНИЙ ЗМІСТ ДИСЕРТАЦІЇ

В **анотаціях** представлено основні результати досліджень із зазначенням наукової новизни, наведено ключові слова та список публікацій здобувача за темою дисертації.

У **вступі** обґрунтована актуальність теми, сформульовано мету і завдання дослідження, відзначено новизну отриманих результатів, їх фундаментальне та прикладне значення, наведено відомості щодо апробації результатів дослідження і дані про структуру та обсяг дисертації.

У **першому розділі «Наноструктурний стан металічних матеріалів: способи отримання та властивості»** (літературний огляд) стисло розглянуто методи отримання УДЗ та НК металів і сплавів, що складають клас наноструктурних матеріалів. Проаналізовано сучасний стан технологічних підходів з отримання об'ємних наноструктурних металічних матеріалів та закономірності і механізми формування наноструктурного стану при використанні деформаційних методів подрібнення зерен. Розглянуто вплив субмікронного та наномасштабного розміру зерен на фізико-механічні властивості металічних наноматеріалів.

Окрема увага була приділена особливостям низькотемпературної пластичної деформації ГЩУ металів (титану, цирконію), діючим в них деформаційним модам, методам отримання об'ємних УДЗ і НК структурних станів та властивих їм обмежень.

За підсумками літературного огляду була обґрунтована мета роботи та сформульовано конкретні задачі виконаних досліджень.

У **другому розділі «Матеріал та методика проведення досліджень»** подано опис матеріалу, особливості його деформації при низьких температурах, способи його термічно-механічної обробки та методичні основи досліджень. Вихідним матеріалом для дослідження був титан технічної чистоти ВТ1-0 з розміром зерна $d \approx 10$ мкм. Дослідження проводилися на зразках з початковими розмірами 70x30 мм і товщиною 4 – 16 мм, які після попереднього відпалу при температурі 670 °С протягом 45 хвилин (зерно ~ 15 мкм), піддавалися багаторазовому вальцюванню при температурі рідкого азоту з використанням лабораторного вальцівного верстату.

Для вирішення поставлених у роботі завдань зразки з різним структурним станом, отриманим вальцюванням до різних ступенів обтиску, вивчалися з залученням комплексу відомих експериментальних методів дослідження твердих тіл. Для мікроструктурних досліджень була використана оптична мікроскопія (металографічний мікроскоп МИМ-7), трансмісійна електронна мікроскопія (мікроскоп ЕМ-200 з прискорювальною напругою 175 кВ) та рентгенівська дифрактометрія (дифрактометр ДРОН-2.0). Середній розмір нанозерен та їх розподіл за розмірами визначали за темнопільними зображеннями. Обробка експериментально отриманих дифракційних картин здійснювалася за допомогою комп'ютерних програм. Були визначені значення

областей когерентного розсіювання (ОКР)/кристалітів та величина середніх мікродеформацій.

Вивчення механічних властивостей проводили на випробувальній машині МРК-1 у режимі активного навантаження як при одновісному розтягу, так і стиску в інтервалі температур 4,2 – 300 К. Мікротвердість за Віккерсом H_V вимірювали на стандартному твердомірі ПМТ-3 при кімнатній температурі.

У третьому розділі «*Механізм формування нанокристалічного стану з використанням методу кріомеханічної фрагментації зерна*» викладено результати дослідження еволюції мікроструктури титану технічної чистоти ВТ1-0 в процесі деформації вальцюванням при температурі рідкого азоту з метою з'ясування механізму формування нанокристалічного стану. Деформація ковзанням титану при низьких температурах обмежена лише площиною призми, а деформаційна мікроструктура складається переважно з прямолінійних відрізків гвинтових дислокацій та двійників. За відсутності можливості поперечного ковзання в деформаційній мікроструктурі не спостерігається розорієнтованих дислокаційних утворень, які в подальшому могли б бути джерелом формування елементів дрібнішого структурного стану. На цьому фоні активним стає механічне двійникування з великою кількістю (біля п'яти) кристалографічних систем. Різноманіття систем двійникування, сприяючи розвитку двійників другої і третьої генерації усередині первинних двійникових ламелей, вносить помітний вклад в пластичність полікристалічного титану в результаті зняття локальних напружень при перетині двійників та в акомодативній зоні двійник-матриця. Саме можливість фрагментації зерна двійниковими ламелями і підвищена пластичність є фундаментальною основою методу отримання об'ємного НК стану з використанням процесу кріомеханічної фрагментації зерна [1]. Тому в даній роботі при дослідженні механізму формування НК стану основна увага була приділена впливу механічного двійникування при кріодеформації на мікроструктурні параметри, зокрема, розмір зерна/кристалітів.

Вже на початковому етапі кріодеформації внутрішньозеренна структура титану характеризується наявністю великої кількості двійників. Про це свідчать результати оптичних та електронно-мікроскопічних досліджень двійникової мікроструктури після кріодеформації менше 0,2. Обмеження деформації ковзанням та багатovid типів двійників призводить до фрагментації двійниками першого покоління практично кожного із зерен незалежно від їх кристалографічної орієнтації. Двійники першої генерації, як правило, перетинають зерно повністю від однієї границі до другої, а їх щільність з деформацією росте. При цьому, розширення виниклої двійникової ламелі зі збільшенням кріодеформації є несуттєвим; формується двійникова ламінарна мікроструктура. Саме з початковою еволюцією двійникової деформаційної мікроструктури, як буде показано далі, пов'язана перша стадія (інтенсивної) фрагментації зерна ($|e| \lesssim 0,2$). В даному випадку двійникові ламелі та їх фрагменти з високими кутами розорієнтації розглядаються аналогами зерен.

При збільшенні деформацій ($|e| > 0,2$) усередині двійників першого покоління починають утворюватися двійники другої та третьої генерації, що обумовлює процес фрагментації з ефективним подрібненням зерен (рис. 1), чому сприяє різноманітність систем двійникування. Двійники другого і третього покоління у сімействах $\{10\bar{1}2\}$ і $\{11\bar{2}2\}$ показані на рис. 1, а, б. Виникнення двійників другого покоління – двійників розтягу $\{11\bar{2}1\}$ усередині двійників стиснення першої генерації $\{11\bar{2}2\}$ як результат релаксації внутрішніх напружень можна спостерігати на рис. 1, в.

Взаємодія ліній ковзання з границями двійників призводить до кристалографічного та морфологічного спотворення форми двійників. При сумісності пластичної деформації та її просторовому неоднорідному характері спостерігається викривлення ламелей, обумовлене акомодацийними умовами, порушується когерентність двійникових границь, втрачається їх морфологічна відмінність, відбувається подальша фрагментація.

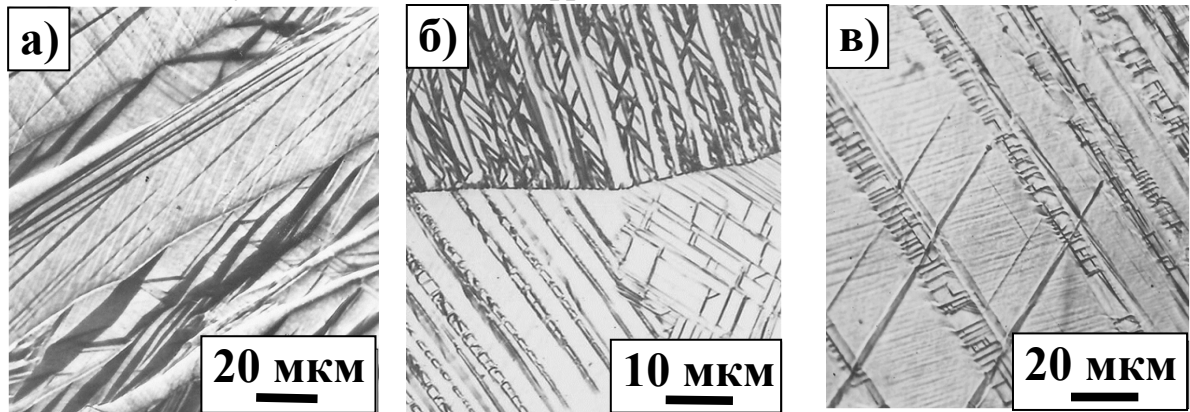


Рис. 1. Приклади двійникування другого і третього покоління усередині двійників різних систем: а) і б) – в сім'ї двійників $\{10\bar{1}2\}$ і $\{11\bar{2}2\}$, та в) – двійники розтягу $\{11\bar{2}1\}$ усередині двійників стиснення $\{11\bar{2}2\}$.

Після кріодеформацій $|e| \sim 0,9$ практично завершується процес формування УДЗ стану з зерном субмікронного розміру і пришвидшується утворення нанорозмірних зерен. Створюється більш гетерогенна мікроструктура з розмірами зерен від декількох сотень до декількох десятків нанометрів. Після кріодеформації $|e| = 0,86$ приблизно 20% зерен має розмір менше 100 нм у порівнянні з $\sim 8\%$ при $|e| = 0,6$. Середній розмір зерна в зразках склав 530 нм і 230 нм, відповідно.

При кріообтисненні $|e| > 1$ границі початкових зерен і двійників стають нечіткими, а двійникові ламелі фрагментованими; формуються кристаліти нанометрових розмірів обмежені висококутовими границями з кутами розорієнтації, що відрізняються від двійникових. Діапазон розмірів зерен знаходиться в межах 10 – 100 нм, що відповідає унімодальному НК стану (рис. 2).

Виміряні з використанням методів оптичної та електронної мікроскопії залежності розміру зерен від ступеня кріодеформації в інтервалі $|e| = 0,1 - 3$ (рис. 3) вказують на тристадійний характер процесу подрібнення, що

відповідає етапам розвитку процесу двійникування. Виявлено факт досягнення граничного розміру зерна $d \approx 35$ нм при $|e| \gtrsim 1,2$, фізичною причиною якого вважається відсутність можливості утворення двійників в зернах наномасштабного розміру.

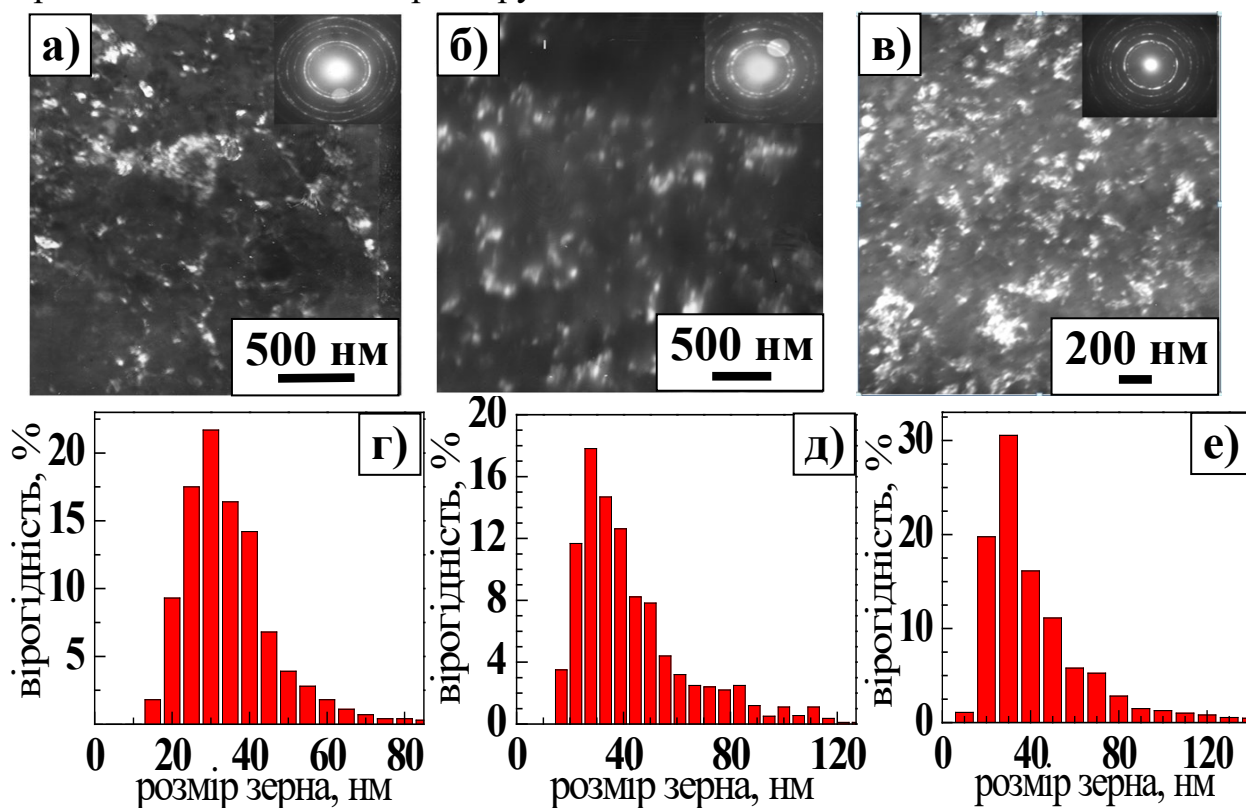


Рис. 2. Типові темнопільні ПЕМ зображення і гістограми розподілу зерен за розміром для зразків після кріовальцювання до деформацій стиснення $|e|$: 1,3 – (а, г), 2,3 – (б, д) і 3 – (в, е).

Передбачається, що нижче порогового розміру зерен ($d \lesssim 100$ нм) внутрішньозеренний дислокаційний механізм змінюється на пов'язаний з зернограничним проковзуванням або поворотом зерен.

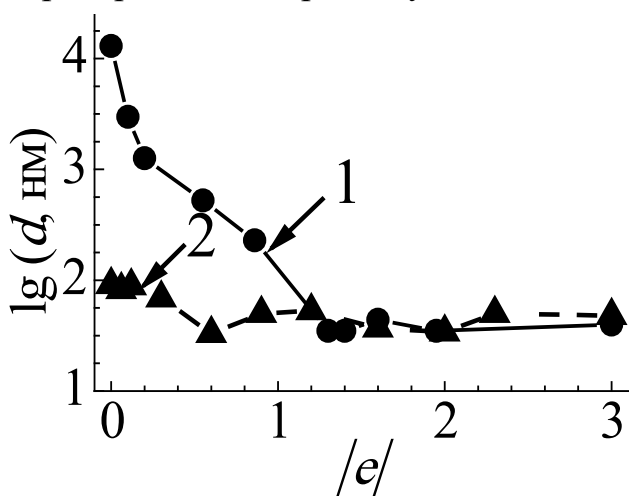


Рис. 3. Залежність середнього розміру зерна d (1) та кристалітів (ОКР) L (2) від ступеня обтиснення вальцюванням при 77 К.

Подібні дислокаційні механізми можуть здійснюватися без зміни розміру зерен. Підтвердженням цьому є отримані експериментальні дані, згідно яких після досягнення при $|e| \gtrsim 1,2$ НК стану із середнім розміром зерна $d \approx 35$ нм подальше обтиснення до $|e| \approx 3$ не призводить до зміни розміру зерен. Встановлена ефективність подрібнення зерна завдяки активізації двійникування, як основного механізму формування об'ємного нанокристалічного стану при відносно невеликих ступенях обтиску.

Розширенню уявлення про сформований НК стан сприяли також дослідження з використанням методу РСА, що дало змогу визначити розмір ОКР, які в даному випадку, звичайно, ототожнюються із середнім розміром кристалітів (рис. 3). На дифрактограмах після обтиску кріовальцюванням спостерігається зменшення інтенсивності та помітне розширення дифракційних піків, що є наслідком безперервного зменшення розміру зерен/кристалітів до нанометрових значень і рандомізації їх кристалографічної орієнтації.

Для НК стану спостерігається тісна кореляція між розмірами ОКР/кристалітів, одержаних в результаті РСА, і розмірами зерен, знайденими з використанням ПЕМ. Виявлена близькість розмірів зерен і кристалітів для НК стану вказує на їх досить досконалу внутрішньозеренну структуру. Цей результат є експериментальним підтвердженням уявлення про неможливість накопичення в нанорозмірних зернах дислокацій, які є джерелом ґраткових спотворень.

У четвертому розділі «Рентгеноструктурні характеристики нанокристалічного стану титану» представлено дані системного вивчення характеристик деформаційної мікроструктури, яка формується в титані технічної чистоти VT1-0 в результаті вальцювання при температурі рідкого азоту при різних ступенях обтиснення.

РСА дозволяє отримати додаткову до результатів ПЕМ досліджень інформацію про наноструктурний стан як об'єкт з великою щільністю дефектів. Аналіз еволюції мікроструктури зразків після кріодеформації проводили після обробки дифракційних картин і визначення відносних інтегральних інтенсивностей, оцінки розміру ОКР/кристалітів та величини середніх мікродеформацій. Розглянуто вплив відносної активності деформації ковзанням та двійникуванням на формування НК стану.

Аналіз відносних інтегральних інтенсивностей \tilde{I} , розрахованих за дифрактограмами, отриманими від двох взаємно

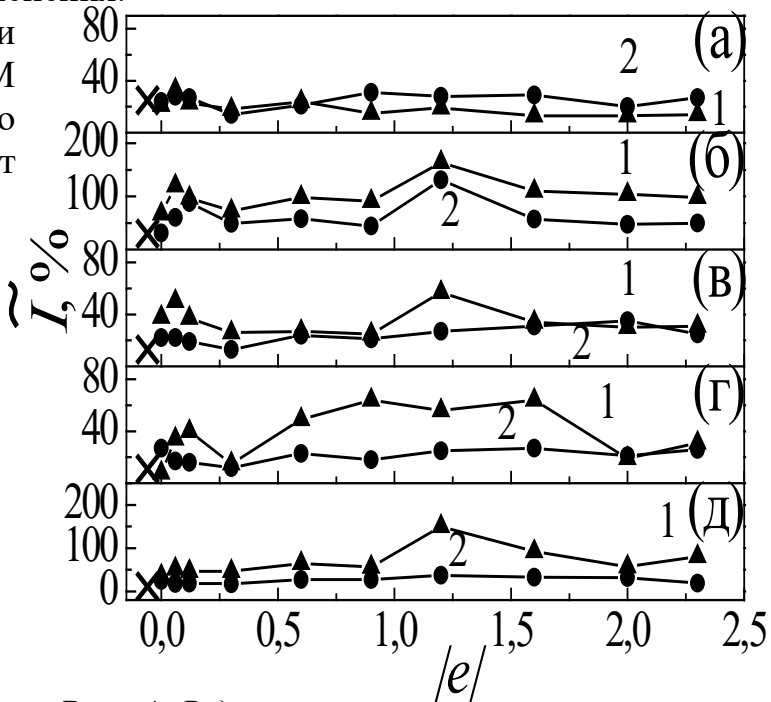


Рис. 4. Відносні інтегральні інтенсивності дифракційних піків \tilde{I} після різних ступенів обтиску $|e|$ в площинах паралельній (1) та перпендикулярній (2) напрямку вальцювання для дифракційних рефлексів: (а) – $(10\bar{1}0)$, (б) – (0002) , (в) – $(10\bar{1}2)$, (г) – $(11\bar{2}0)$, (д) – $(10\bar{1}3)$.; X - за даними картотеки JCPDS.

перпендикулярних поверхонь – площини вальцювання та площини перпендикулярної наряду вальцювання, свідчить про різний характер еволюції їх мікроструктури, що пояснюється особливостями впливу відповідних деформаційних мод (рис. 4). Початкова ступінь криодеформації ($\sim 0,06$) сприяє зменшенню інтенсивності (висоти) і розширенню всіх дифракційних піків відносно первинного стану, що свідчить про зменшення розміру ОКР та підвищення дефектності зразка. Більш значні зміни наочно простежуються в площині вальцювання (рис. 4, криві 1). В даному випадку істотне збільшення \tilde{I}_{\parallel} дифракційних піків (0002) і (11 $\bar{2}$ 0) (рис. 4, б, г) означає зростання частки ОКР/кристалітів із зазначеними кристалографічними орієнтаціями. Розташування базисних площин практично уздовж поверхні зразка в результаті їх розвороту від поперечного напрямку до нормального вказує (опосередковано) на зміну текстурного стану. Тобто, відбувається перетворення початкової розщепленої базисної текстури в нормальну базисну текстуру. Такий процес зумовлений деформацією переважно призматичним $\langle a \rangle$ - дислокаційним ковзанням $\{10\bar{1}0\}$ $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ при незначній активності двійникування, яке спостерігається на початковому етапі вальцювання.

Згідно кристалографічного аналізу розташування базисної площини паралельно площині вальцювання робить неможливим наступний її поворот при подальшій деформації лише внаслідок процесів ковзання $\langle a \rangle$ дислокацій. Зважаючи на те, що $\langle c \rangle$ і $\langle c + a \rangle$ дислокаційне ковзання при температурі 77 К є неможливим, то необхідною умовою стає активізація додаткової деформаційної моди – двійникування. Помітна активізація двійникування $\{11\bar{2}2\}$ і $\{11\bar{2}1\}$ (рис. 1) викликає відповідні кристалографічні переорієнтації і зміни нахилу площини базису, які спостерігаються в подальшій зміні інтенсивності \tilde{I} .

Розвиток кристалографічної рандомізації мікроструктурних елементів, яка забезпечується високою щільністю двійників першого покоління і активізацією вторинного (третинного) двійникування не призводить до суттєвих змін \tilde{I} для обох поверхонь спостереження. Зокрема, цьому сприяє ефективна фрагментація зерен, обумовлена виникненням всередині первинних двійникових ламелей $\{11\bar{2}2\}$ вторинних двійників інших систем (рис. 1). Різке збільшення \tilde{I} дифракційного рефлексу (0002) в обох перерізах зразка і \tilde{I}_{\parallel} відображень (10 $\bar{1}2$) і (10 $\bar{1}3$) для подовжньої площини спостерігається при досягненні НК стану ($|e| \gtrsim 1,2$), що є відображенням зміни механізму пластичної деформації, коли вичерпується можливість в нанорозмірному зерні двійникування та більш важливими стають зернограничні процеси ковзання $\langle a \rangle$ дислокацій. Попередній аналіз дифракційних картин не дозволяє зробити висновок про формування в досліджених НК зразках помітної кристалографічної текстури.

Вплив ступеня криодеформації $|e|$ на розміри ОКР/кристалітів L в площині вальцювання і площині перпендикулярній наряду вальцювання (рис. 5) було розраховано на основі розширення фізичних профілів дифракційних

рефлексів. Якісно залежності $L(e)$ у взаємоперпендикулярних площинах подібні і збігаються з стадійним характером зміни розміру зерна з деформацією $d(e)$ згідно ПЕМ досліджень (рис. 3). Разом з цим, при досягненні НК стану розміри кристалітів L_{\parallel} і L_{\perp} для двох перерізів зразку помітно відрізняються, що вказує на виникнення анізотропії форми кристалітів, тобто, коли розміри мікроструктурного елементу (кристаліту) залежать від напрямку, вздовж якого цей параметр вимірюється.

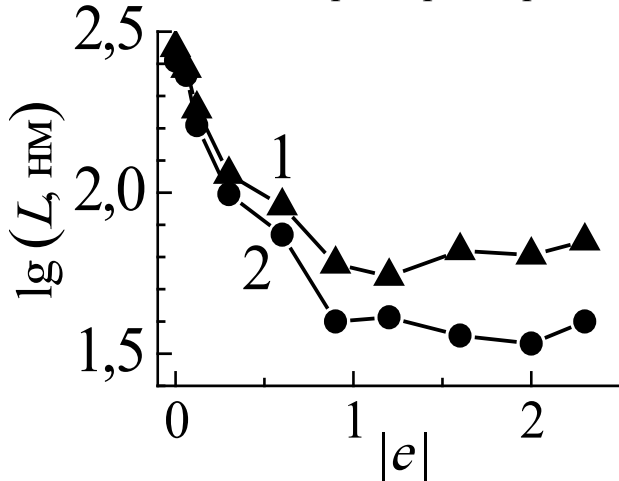


Рис. 5. Залежність розмірів кристалітів L від ступеня обтиснення $|e|$ в площині вальцювання (1) та площині перпендикулярній напрямку вальцювання (2).

бути виражено співвідношенням Холла-Петча $\sigma_{0,2} = \sigma_0 + K_{\text{НР}} d^{-1/2}$. Тут σ_0 – напруження тертя решітки, необхідне для переміщення окремих дислокацій під час відсутності впливу границь зерен, а $K_{\text{НР}}$ – коефіцієнт, що характеризує внесок границь зерен в зміцнення.

З огляду на той факт, що в досліджуваному НК титані середні розміри зерен і кристалітів збігаються ($d \approx L$), вказане співвідношення може бути представлено у вигляді $\sigma_{0,2} = \sigma_0 + K_{\text{НР}} L^{-1/2}$. Такий крок дає можливість встановити зв'язок межі плинності як з розміром, так і з формою

кристалітів/зерен та з'ясувати причини спостереженої анізотропії $\sigma_{0,2}$. Показано, що значення $\sigma_{0,2}$, обчислені згідно цього співвідношення при знайдених значеннях розмірів кристалітів L для зразків НК титану, вирізаних паралельно і перпендикулярно напрямку вальцювання, добре йому задовольняють та збігаються з відповідними експериментальними значеннями (табл. 1). При обчисленні використовувалися наступні значення констант в

Наслідком спостережуваної анізотропії форми кристалітів (морфологічної анізотропії) є виявлена в роботі анізотропія умовної межі плинності $\sigma_{0,2}$, яка полягає у впливі орієнтації вісі стиску відносно напрямку вальцювання на значення $\sigma_{0,2}$ для зразків НК титану, вирізаних паралельно і перпендикулярно напрямку вальцювання. Звичайно вважається, що в полікристалічних металах вплив середнього розміру зерна d на величину межі текучості σ_y може

Таблиця 1. Значення межі плинності, виміряні для зразків НК титану, вирізаних паралельно ($\sigma_{0,2(\parallel)}$) і перпендикулярно ($\sigma_{0,2(\perp)}$) напрямку вальцювання, та обчислені згідно співвідношення Холла-Петча при знайдених значеннях розмірів кристалітів L .

Розмір кристалітів, L , нм	Обчислений	Експеримент	
	$\sigma_{0,2}$, МПа	$\sigma_{0,2(\parallel)}$, МПа	$\sigma_{0,2(\perp)}$, МПа
40	1000	–	1030
55	850	855	–

співвідношенні: $\sigma_{0\parallel} = 340$ МПа, $\sigma_{0\perp} = 400$ МПа, $K_{HP} = 0,12$ МПа·м^{1/2}. Таким чином, встановлено, що анізотропія межі плинності НК титану пов'язана з анізотропією форми його основного розмірного структурного елементу – зерна/кристаліту.

Відносна активність ковзання і двійникування на різних етапах деформації є визначальним фактором відносно елементів та виду деформаційної субструктури, що формується у вивчених зразках при кріовальцюванні. Незначна ймовірність процесів динамічного повернення при низьких температурах забезпечує умови для виявлення їх конкретного впливу. На рис. 6 представлено залежність ступеня кріообтиснення $|e|$ від величини мікродеформацій $\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$ для двох взаємоперпендикулярних перерізів зразка: в площина паралельній і перпендикулярній напрямку вальцювання.

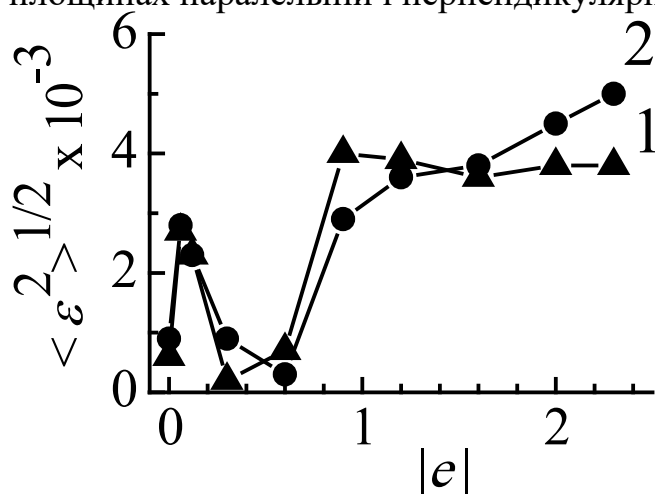


Рис. 6. Залежності мікродеформацій $\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$ від ступеня кріообтиснення $|e|$ для перерізів паралельного (1) і перпендикулярного (2) напрямку вальцювання.

Виявлений складний вид зміни величини мікродеформацій $\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$ для різних перерізів зі ступенем обтиснення корелює з відносною активністю ковзання і двійникування, що впливає на рівень локальних внутрішніх напружень і можливість їх релаксації. Видно, що залежність величини і характеру мікродеформацій від ступеня кріодеформації спостерігається для НК стану ($|e| \gtrsim 1,2$) та відсутня для ВЗ і УДЗ зразків. Причиною спостережної анізотропії $\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$ можуть бути орієнтовані межі, як результат існування анізотропії форми кристалітів.

У п'ятому розділі «Термічна стабільність нанокристалічного титану, отриманого кріомеханічною фрагментацією зерна» досліджено вплив східчастого ізотермічного відпалу на рентгенівські характеристики мікроструктури кріодеформованих зразків та механічні характеристики титану ВТ1-0 з різним структурним станом (мікронним, субмікронним і наномасштабним розміром зерен), отриманого вальцюванням при температурі рідкого азоту. Встановлено, що термічна стабільність кожного з структурних станів визначається наявністю в них конкретних структурних елементів. Згідно рентгеноструктурних досліджень аналіз відносної інтегральної інтенсивності дифракційних піків \tilde{I} показав, що після вальцювання при температурі рідкого азоту площинами переважної орієнтації є площини (0002) і (10 $\bar{1}$ 3). Значення \tilde{I} визначалися як відношення абсолютної інтегральної інтенсивності рефлексу до абсолютної інтегральної інтенсивності дифракційного піка (10 $\bar{1}$ 0).

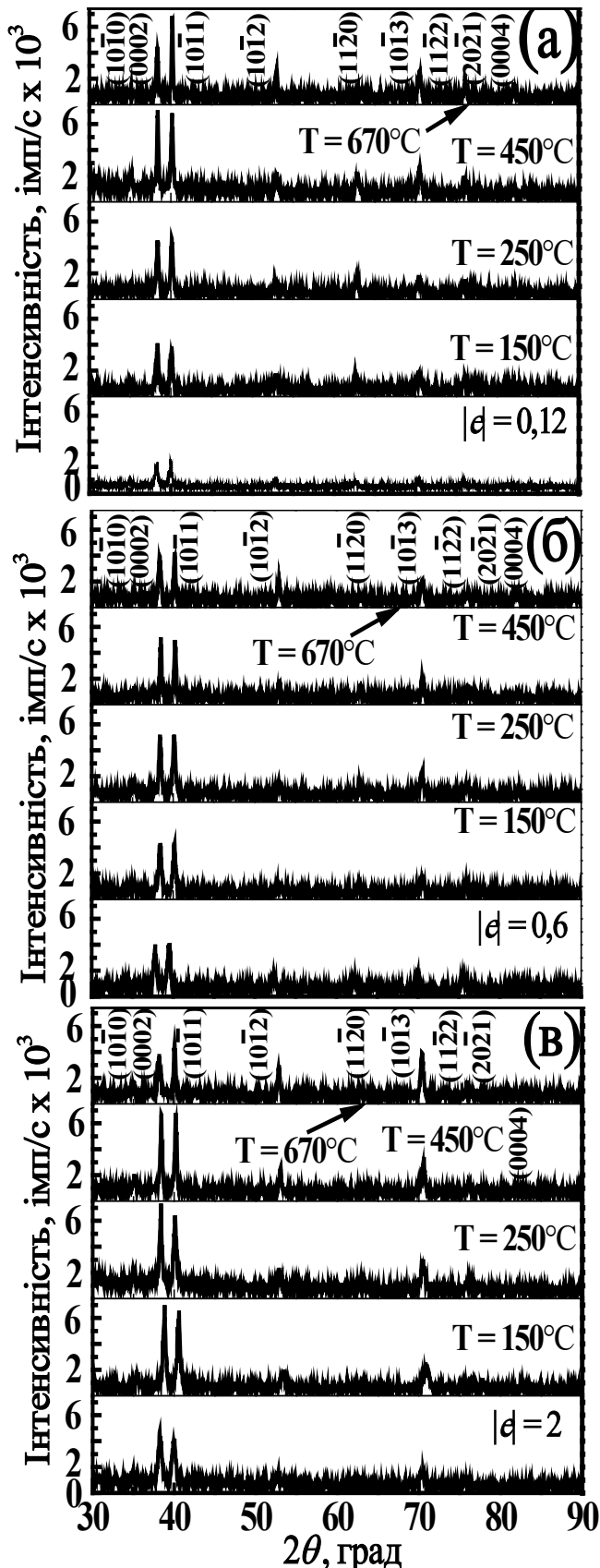


Рис. 7. Дифракційні картини після різних ступенів деформації вальцюванням при 77 K $|e|$: 0,12 (а), 0,6 (б), 2 (в) і подальших відпалів при 150, 250 450 і 670 °С.

У ВЗ зразках основними елементами деформаційної мікроструктури є хаотично розташовані гвинтові дислокації та двійникові ламелі. При відпалі (150 – 450 °С) двійники є достатньо термічно стійким структурним елементом, що не виявляє впливу на дифракційні картини. З іншого боку, впорядкування рухливих при підвищених температурах гвинтових дислокацій в умовах високих внутрішніх напружень призводить до перерозподілу інтенсивностей (рис. 7). Спостережуване зростання інтенсивностей дифракційних піків після відпалу УДЗ та НК зразків свідчить про зменшення дефектності та збільшення розміру кристалітів, що узгоджується з результатами ПЕМ досліджень.

Встановлено, що термічна стабільність розміру кристалітів (ОКР) L пов'язана з вихідним структурним станом зразка. У ВЗ зразках помітне збільшення L відбувається вже при температурі 150 °С (рис. 8), що пояснюється зменшенням скалярної щільності хаотично розподілених гвинтових дислокацій в результаті їх анігіляції. Для УДЗ титану з субмікронним розміром зерна, де основним структурним елементом після відпалу при 150 °С є двійникові ламелі, відпал при $T \approx 250$ °С помітно не впливає на розмір кристалітів L (рис. 8). На разі, величина L зростає при відпалі вище 450 °С внаслідок початку часткової рекристалізації. Це значення є більш високим ніж у випадку УДЗ титану, отриманого методами інтенсивних пластичних деформацій (ІПД). Зі зменшенням розміру

зерна/кристаліту до наномасштабних значень відбувається підвищення порогової температури відпалу при якій спостерігається збільшення розміру кристалітів, що вказує на зростання термічної стабільності. Із залежностей на рис. 8 випливає, що для НК титану критичним є розмір зерна $d \sim 50$ нм.

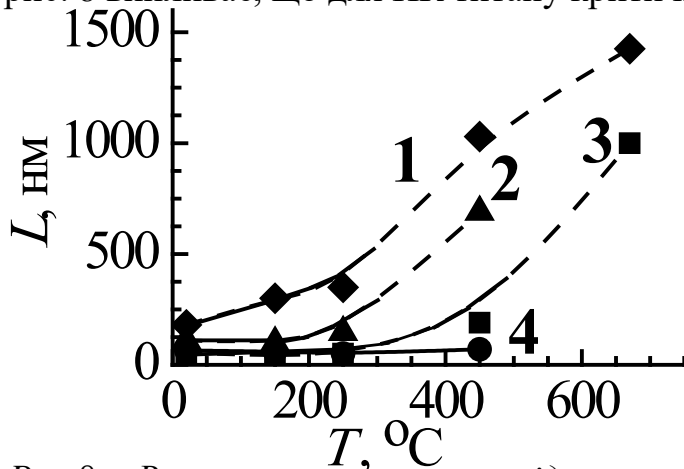


Рис.8. Вплив температури відпалу на розмір кристалітів L після криодеформації $|e|$: 0,12 (1), 0,6 (2), 1,2 (3) і 2 (4). Пунктиром відзначені ділянки залежностей $L(T)$, що знаходяться поза межею застосування способу апроксимації ($L \lesssim 0,2$ мкм) при визначенні розмірів ОКР.

На достатньо хорошу термічну стабільність УДЗ і НК стану титану ВТ1-0, отриманого вальцюванням при температурі рідкого азоту, вказують також результати з впливу відпалу на механічні характеристики. Лише слабке зменшення характеристик міцності та відносного подовження спостерігається після відпалу нижче ≈ 300 °С протягом 45 хвилин, що пов'язано з невеликим збільшенням середнього розміру зерна (результати ПЕМ досліджень) та впливає з співвідношення Холла-Петча.

Збереження низької пластичності – результат прояву нестійкості пластичної течії, яка обумовлена низьким значенням швидкості деформаційного зміцнення нанорозмірного зерна. Внаслідок анігіляції гвинтових дислокацій протилежного знаку активізується процес відпочинку (повернення) і пов'язане з ним зменшення внутрішнього напруження.

Помітна зміна характеристик міцності і пластичності відбувається в результаті відпалу при 450 °С як результат початку процесів часткової рекристалізації. Одержані дані дозволяють знайти оптимальний баланс (співвідношення) міцність – пластичність для криодеформованого титану.

Про високу термічну стабільність НС стану (≈ 450 °С), отриманого з застосуванням методу криомеханічної фрагментації зерна, свідчать

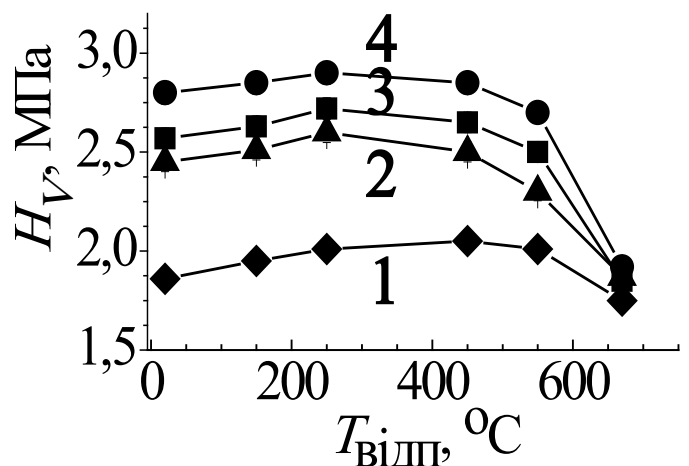


Рис 9. Залежності мікротвердості H_V від температури відпалу для зразків після криодеформації $|e|$: 0,12 (1), 0,6 (2), 0,9 (3) і 2 (4).

також результати з впливу температури відпалу на мікротвердість. На рис. 9 показані залежності виміряних в площині вальцювання значення H_V для

зразків з різною мікроструктурою, сформованою кріовальцюванням до різних ступенів обтиску.

Спостережуване невелике зростання H_V в умовах відсутності відповідної щільності дислокацій всередині наномасштабних зерен пов'язується з важливістю процесів на межах зерен та обумовлено збільшенням напруження зародження дислокацій на зернограничних джерелах.

ВИСНОВКИ

1. **Вперше** виконано комплексне дослідження процесу формування об'ємного нанокристалічного (НК) стану титану при кріодеформації (~ 77 К) та з'ясовано його фізичні механізми з визначенням контролюючої ролі механічного двійникування.

2. **Вперше** виявлено стадійний характер залежності розміру зерна від ступеня кріодеформації з відповідністю етапам розвитку двійникування та встановлено граничний середній розмір наномасштабного зерна.

3. **Вперше** встановлено залежність мікроструктурних характеристик (розмірів областей когерентного розсіювання (ОКР), мікродеформації, тощо) від ступеня кріодеформації, що визначається відносною активністю дислокаційного ковзання і двійникування.

4. **Вперше** спостережено близькість розміру зерен/кристалітів до розміру ОКР при досягненні НК стану, що вказує на досконалу внутрішню структуру нанозерен.

5. **Вперше** виявлена морфологічна анізотропія кристалітів, як причина спостережної анізотропії межі плинності НК титану.

СПИСОК ОПУБЛІКОВАНИХ ПРАЦЬ ЗА ТЕМОЮ ДИСЕРТАЦІЇ

Статті в наукових журналах

1. Рентгеновские параметры микроструктуры нанокристаллического титана, полученного криодеформацией/ **Ю.М. Плотникова**, И.С. Брауде, В.А. Москаленко. ФНТ. 2016. Т. 42. №12. С. 1503–1511.
2. Fundamentals of titanium nanocrystalline structure creation by cryomechanical grain fragmentation/ V.A. Moskalenko, A.R. Smirnov, **Yu.M. Plotnikova**, I.S. Braude, R.V. Smolianets. Materials Science and Engineering A. 2017. Vol. 700. P. 707–713.
3. Анизотропия предела текучести и структурных параметров нанокристаллического титана, полученного криодеформацией/ В.А. Москаленко, **Ю.М. Погрибная**, Р.В. Смолянец, И.С. Брауде. ФНТ. 2017. Т. 43. №12. С. 1789–1795.
4. The lattice parameters and residual stresses in bulk nanocrystalline and ultrafine-grained titanium/ Yu.M. **Plotnikova**, R.V. Smolianets, I.S. Braude, V.A. Moskalenko. East European Journal of Physics. 2017. Vol. 4. No.1. P. 56–61.

5. Анизотропия микроструктуры нанокристаллического титана, полученного криомеханической фрагментацией зерна. **Ю.М. Погрибная**, В.А. Москаленко, И.С. Брауде. ФНТ. 2018. Т. 44. №5. С. 580–588.
6. Термическая стабильность нанокристаллического и ультра-мелкозернистого титана, полученного криомеханической фрагментацией зерна/ **Ю.М. Погрибная**, Р.В. Смолянец, В.А. Москаленко, И.С. Брауде. ФНТ. 2020. Т. 46. №9. С. 1122–1130.

Тезиси конференцій

7. Дослідження наноструктурного стану титану, отриманого вальцюванням при криогенних та кімнатних температурах / **Ю. М. Плотнікова**, В.А. Москаленко, І.С. Брауде // XI Міжнародна конференція «Фізичні явища в твердих тілах», 03-06 грудня 2013: тези доп. – Україна, Харків, – С. 145.
8. X-Ray determination of structural parameters of titanium rolled at cryogenic and room temperature / **Yu.M. Plotnikova** // V International Conference for Young Scientists «Low Temperature Physics – 2014», 2–6 June 2014: book of abstr. – Ukraine, Kharkiv, 2014 – P. 134.
9. Влияние различных степеней криодеформации на формирование наноструктурного состояния в титане / **Ю.М. Плотникова**, И.С. Брауде, А.Р. Смирнов, В.А. Москаленко // 55-а Міжнародна наукова конференція «Актуальні проблеми прочності», 14–18 серпня 2014: тези доп. – Україна, Харків, – С. 118.
10. Analysis of structural parameters in CP-titanium under cryorolling / **Yu.M. Plotnikova** // VI International Conference for Young Scientists «Low Temperature Physics – 2015», June 2–5 2015: book of abstr. – Ukraine, Kharkiv, 2015. – P. 89.
11. Рентгенографическое исследование структурных параметров титана, подвергнутого криопрокатке / **Ю. М. Плотникова**, И. С. Брауде, В. А. Москаленко // XII Міжнародна конференція «Фізичні явища в твердих тілах», 01–04 грудня 2015: тези доп. – Україна, Харків, – С. 49.
12. X-ray determination of structural parameters in CP-titanium under cryorolling / **Yu.M. Plotnikova** // VII International Conference for Young Scientists «Low Temperature Physics – 2016», June 6–10 2016: book of abstr. – Ukraine, Kharkiv, 2016. – P. 166.
13. Fundamentals of titanium nanocrystalline structure creation by cryomechanical grain fragmentation / V.A. Moskalenko, A.R. Smirnov, **Yu.M. Plotnikova**, I.S. Braude, R.V. Smolianets // Сучасні проблеми фізики металів і металічних систем, 25-27 травня, 2016, Київ, Україна, с.47
14. Мікроструктурні параметри нанокристалічного титану, отриманого за допомогою криомеханічної фрагментації зерна. Рентгенівські дані. / **Ю.М. Плотнікова**, І. С. Брауде, В. А. Москаленко // Сучасні проблеми фізики металів і металічних систем, 25-27 травня, 2016, Київ, Україна, с.44
15. Mechanism of nanocrystalline titanium state formation by cryomechanical grain fragmentation / V.A. Moskalenko, A.R. Smirnov, **Yu.M. Pohribnaya**, I.S. Braude,

- R.V. Smolianets // XIII Міжнародна конференція «Фізичні явища в твердих тілах», 05–08 грудня 2017: тези доп. – Україна, Харків, – С. 129.
16. Analysis of residual stresses in bulk nanocrystalline and ultrafine-grained titanium / **Yu. M. Pohribnaya** // VIII International Conference for Professionals and Young Scientists «Low Temperature Physics – 2017», May 29 – June 2 2017: book of abstr. – Ukraine, Kharkiv, 2017. – P. 171.
17. Анізотропія межі плинності та структурних параметрів нанокристалічного титану, отриманого кріовальцюванням / **Ю.М. Погрібна**, В.А. Москаленко, Р.В. Смолянець, І.С. Брауде // XIII Міжнародна конференція «Фізичні явища в твердих тілах», 05–08 грудня 2017: тези доп. – Україна, Харків, – С. 131.
18. Thermal stability of deformation microstructure of ultrafine-grained and nanocrystalline titanium / **Yu.M. Pohribnaya**, R.V. Smolianets, V.A. Moskalenko, I.S. Braude // International Conference «Nanotechnology and Nanomaterials» (Nano-2018), 27–30 August 2018: book of abstr. – Ukraine, Bukovel, P. 441.
19. Thermal stability of microstructure of nanocrystalline and ultrafine-grained titanium / **Yu.M. Pohribnaya**, R.V. Smolianets, V.A. Moskalenko, I.S. Braude // IX International Conference for Professionals and Young Scientists «Low Temperature Physics – 2018», June 04 –08 2018: book of abstr. – Ukraine, Kharkiv, 2018. – P. 168.

АНОТАЦІЯ

Ю.М. Погрібна. Механізми формування та мікроструктурні характеристики нанокристалічного стану титану, отриманого кріодеформацією – Рукопис.

Дисертація на здобуття наукового ступеня кандидата фізико-математичних наук за спеціальністю 01.04.07 – фізика твердого тіла. – Фізико-технічний інститут низьких температур ім. Б.І. Веркіна НАН України, Харків, 2021.

Дисертація присвячена встановленню фізичних механізмів формування об'ємного нанокристалічного стану титану VT1-0 завдяки кріомеханічній фрагментації зерна з застосуванням деформації вальцюванням при температурі рідкого азоту. Методами оптичної і просвічуючої електронної мікроскопії та рентгенівської дифрактометрії проведено комплексне дослідження еволюції мікроструктури при кріодеформації до великих значень ($|e| = 3$). Виявлено стадійний характер залежності розміру зерна від ступеня кріодеформації та показано його відповідність етапам розвитку механічного двійникування. Встановлено граничний наномасштабний середній розмір зерна (~ 30 нм), досягнутий в результаті кріофрагментації. Його існування розглядається як наслідок залежності вірогідності двійникування від розміру зерна і, відповідно, відсутністю можливості утворення двійників в нанорозмірному зерні.

З використанням рентгеноструктурного аналізу виконано системне дослідження характеристик деформаційної мікроструктури, що формується в титані в результаті вальцювання при температурі рідкого азоту при різних

ступенях обтиснення. Зроблена оцінка розміру областей когерентного розсіювання/кристалітів та величини середніх мікродеформації. Розглянуто вплив відносної активності деформації ковзанням та двійникуванням на мікроструктурні характеристики. Виявлена морфологічна анізотропія кристалітів в сформованому НК стані, що є причиною спостережної анізотропії межі плинності. Показана ефективність процесу криомеханічної фрагментації зерна для отримання об'ємних НК ГЩУ металів (титан, цирконій) з середнім розміром зерна в декілька десятків нанометрів. Встановлена термічна стабільність нанокристалічного структурного стану титану, сформованого з використанням криодеформації.

Ключові слова: нанокристалічний стан, титан, механічне двійникування, криомеханічна фрагментація зерна, мікроструктурні характеристики, термічна стабільність.

АННОТАЦІЯ

Ю.М. Погрибная. Механизмы формирования и микроструктурные характеристики нанокристаллического состояния титана, полученного криодеформацией. – Рукопись.

Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 – физика твердого тела. – Физико-технический институт низких температур им. Б.И. Веркина НАН Украины, Харьков, 2021.

Диссертация посвящена решению важной задачи в области физики твердого тела и физического материаловедения, направленной на изучение и разработку научно обоснованных методов получения наноструктурных (НС) металлических материалов. Фундаментальный и прикладной интерес к изучению материалов данного класса связан с широким спектром их уникальных конструкционных и функциональных свойств. В частности, НС состояние титана обеспечивает многократное повышение прочностных характеристик, сохранение биосовместимости и биоактивности, коррозионной и радиационной стойкости, расширяя сферу его применения.

Значительный интерес представляют исследования и методы получения нанокристаллических (НК) материалов с размером зерна менее 100 нм, когда можно ожидать проявления новых, необычных физико-механических свойств. Однако, долгое время проблемой, которая сдерживала исследование уникальных свойств НК металлов с ГПУ кристаллической решеткой, было отсутствие возможности получения образцов с размером зерна менее 100 нм. Это препятствие было преодолено при использовании метода криомеханической фрагментации зерна (КМФЗ), реализация которого позволила получить НК титан со средним размером зерна в несколько десятков нанометров. Однако, КМФЗ метод был предложен, основываясь лишь на общих представлениях о склонности ГПУ металлов к деформации двойникованием при низких температурах. Поэтому важной и актуальной стала задача установления физического механизма формирования НК

состояния. Эффективным в этом случае является комплексность исследования процесса эволюции микроструктуры при криодеформации с выявлением возможности получения контролируемого по размеру наномасштабного зерна с целью оптимизации конструкционных и функциональных свойств НК титана и других ГЦУ металлов.

В работе, используя методы рентгеновской дифрактометрии, оптической и просвечивающей электронной микроскопии, проведено системное исследование эволюции микроструктуры титана технической чистоты ВТ1-0 при деформации прокаткой до больших значений ($|e| = 3$) при температуре жидкого азота. В условиях ограниченной возможности деформации дислокационным скольжением и активизации двойниковых деформационных мод основное внимание было уделено развитию двойниковой микроструктуры, в частности, вторичного и третичного двойникового механизма эффективного дробления зерна. Показано, что наблюдаемый стадийный характер зависимости размера зерна от степени криодеформации, отвечает этапам развития механического двойникового. Регистрируемый при этом предельный наномасштабный средний размер зерна (~ 35 нм), который достигается в результате криофрагментации обжатием ($|e| \approx 1,3$), рассматривается как следствие зависимости вероятности двойникового от размера зерна и объясняется отсутствием возможности возникновения в наноразмерных зернах двойников, которое контролирует измельчение.

Установлены физические механизмы формирования НК состояния титана ВТ1-0 при контролирующей роли механического двойникового в сравнении с дислокационным скольжением. Полученные результаты указывают на эффективность процесса криомеханической фрагментации зерна как метода формирования объемного НК состояния со средним размером зерна в несколько десятков нанометров.

С использованием рентгеноструктурного анализа выполнено системное исследование характеристик деформационной микроструктуры, которая формируется в результате прокатки при температуре жидкого азота при различных степенях обжатия. Определены относительные интегральные интенсивности, произведена оценка размера областей когерентного рассеяния/кристаллитов и величины микродеформации. Обсуждено влияние относительной активности скольжения и двойникового на микроструктурные характеристики. Обнаружена морфологическая анизотропия кристаллитов в сформированном при криодеформации нанокристаллическом состоянии. Установлено ее определяющее влияние на наблюдаемую анизотропию предела текучести НК титана.

Используя методы рентгеноструктурного анализа, изучено влияние ступенчатого изотермического отжига в интервале температур $150 - 670$ °С на характеристики деформационной микроструктуры криодеформированного титана с микронным, субмикронным и наномасштабным размером зерна. Изученные структурные состояния были получены прокаткой при температуре жидкого азота. Обсуждено влияние элементов деформационной

микроструктуры (дислокаций и двойников) на термическую стабильность размеров областей когерентного рассеяния/кристаллитов и величину микродеформаций. Сделан вывод, что в ультрамелкозернистом титане, полученном криомеханической фрагментацией зерна, рекристаллизация обнаруживается при более высокой температуре. Предполагается, что природа прерывистой рекристаллизации в данном случае характеризуется зародышеобразованием и ростом зерен за счет миграции фрагментов двойников. Термическая стабильность внутризеренной микроструктуры НС титана повышается с уменьшением размера зерна.

Ключевые слова: нанокристаллическое состояние, титан, механическое двойникование, криомеханическая фрагментация зерна, микроструктурные характеристики, термическая стабильность.

ABSTRACT

Yu.M. Pohribna. Formation mechanisms and microstructural characteristics of the nanocrystalline titanium created by cryodeformation. – Manuscript.

Thesis for a candidate's degree in physics and mathematics sciences (PhD) by specialty 10.04.07 – solid state physics. – B.I. Verkin Institute for Low Temperature Physics and Engineering, NAS of Ukraine, Kharkiv, 2021.

The thesis is devoted to the establishment of the physical mechanisms of the formation of the bulk nanocrystalline state of titanium VT1-0 due to cryomechanical fragmentation of grain using rolling deformation at the temperature of liquid nitrogen. A comprehensive study of the evolution of the microstructure during cryodeformation to large values ($|e| = 3$) was carried out by the methods of optical and transmission electron microscopy as well as X-ray diffractometry. The stepwise nature of the dependence of the grain size on the degree of cryodeformation was revealed and its correspondence to the stages of the development of mechanical twinning was shown. The limiting nanoscale average grain size (~ 35 nm), achieved as a result of cryofragmentation, and has been established. Its existence is considered as a consequence of the dependence of the twinning probability on the grain size and is explained by the absence of the possibility of twinning (the process controlling refinement) in nanosized grains.

A systematic study of the characteristics of the deformation microstructure, which is formed in commercial purity titanium as a result of rolling at the temperature of liquid nitrogen at various degrees of reduction, was carried out using X-ray diffraction analysis. The relative integral intensities were determined, the size of the coherent scattering regions/crystallites and the magnitude of microstrain were estimated. The influence of the relative activity of sliding and twinning on the microstructural characteristics is discussed. The morphological anisotropy of crystallites in the nanocrystalline state formed during cryodeformation is found. Its decisive influence on the observed anisotropy of the yield stress of NC titanium has been established.

The efficiency of the cryomechanical grain fragmentation process in the formation of a nanocrystalline state with an average grain size of several tens of nanometers in hcp metals (titanium, zirconium, and others) is shown. The thermal stability of the formed structural state has been established.

Key words: nanocrystalline state, titanium, mechanical twinning, cryomechanical grain fragmentation, microstructural characteristics, thermal stability.

Формат 60x84/16. Ум. друк. арк. 0.9. Тир. 100 прим. Зам. № 441-21.
Підписано до друку 25.08.2021. Папір офсетний.

Надруковано з макету замовника у ФОП Бровін О.В.
61022, м. Харків, вул. Трінклера, 2, корп.1, к.19. Т. (066) 822-71-30
Свідоцтво про внесення суб'єкта до Державного реєстру
видавців та виготовників видавничої продукції серія ДК 3587 від 23.09.09 р.

СТИЛЬ ®
ИЗДАТ 
ТИПОГРАФИЯ
www.stil-izdat.com