

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

БАТАЖУК Олена Миколаївна

Е.Ват.

УДК 539.67; 548.4

**АКУСТИЧНА СПЕКТРОСКОПІЯ
НИЗЬКОТЕМПЕРАТУРНИХ ДИСЛОКАЦІЙНИХ ПРОЦЕСІВ
У НАНОСТРУКТУРНИХ МЕТАЛАХ**

01.04.07 – фізика твердого тіла

АВТОРЕФЕРАТ
дисертації на здобуття наукового ступеня
кандидата фізико-математичних наук

Харків – 2019

Дисертація є рукописом.

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,
Паль-Валь Павло Павлович,
Фізико-технічний інститут низьких температур
імені Б. І. Веркіна НАН України,
завідувач відділу фізики реальних кристалів.

Офіційні опоненти:

доктор фізико-математичних наук,
старший науковий співробітник,
Соколенко Володимир Іванович,
Національний науковий центр «Харківський
фізико-технічний інститут» НАН
України, Інститут фізики твердого тіла,
матеріалознавства та технологій,
завідувач відділу фізики твердого тіла та
конденсованого стану речовини;

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

Захист відбудеться «26» лютого 2019 р. о 15:00 год. на засіданні спеціалізованої вченої ради Д 64.175.03 при Фізико-технічному інституті низьких температур імені Б. І. Веркіна НАН України за адресою: 61103 м. Харків, пр. Науки, 47.

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

Автореферат розісланий «25» січня 2019 р.

Вчений секретар
спеціалізованої вченої ради Д 64.175.03,
кандидат фізико-математичних наук



Юзефович О. І.

ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА РОБОТИ

Актуальність теми. Ультрадрібнозернисті (УДЗ) та наноструктурні (НС) метали й сплави становлять великий інтерес в фізиці твердого тіла як об'єкти для вивчення механізмів руху дислокацій в умовах високої щільності ефективних перешкод. Останнім часом було встановлено, що в області кімнатної температури пластична деформація об'ємних УДЗ і НС матеріалів значною мірою зберігає дислокаційний характер, властивий звичайним крупнозернистим (КЗ) матеріалам, але механізми зародження, ковзання й анігіляції дислокацій здобувають ряд особливостей, обумовлених наявністю великокутових границь зерен як перешкод, джерел і стоків для дислокацій.

Джерелом цінної інформації про стан і основні характеристики дислокаційної структури металів є експериментальне вивчення їх динамічних пружних і непружних властивостей у широкому інтервалі температур методами акустичної спектроскопії (АС), які мають високу чутливість до зміни структурних параметрів, вибірковістю, відтворюваністю й, крім того, носять неруйнівний характер вимірів. Вивчення поведінки пружних і непружних характеристик металів при зміні температури, структурного стану й інших факторів дозволяє одержати інформацію про фізичні механізми рухливості елементів дефектної структури (точкових дефектів, дислокацій, границь зерен), а також про їх взаємодію з елементарними збудженнями кристалічної ґратки. Велике значення при цьому мають дослідження у широкому інтервалі температур, включаючи область низьких температур, у якій інтенсивність дифузійних процесів значно знижується.

На початок виконання даної дисертаційної роботи основна частина досліджень механічних і акустичних властивостей НС і УДЗ матеріалів була виконана при температурах поблизу й вище кімнатної. Зокрема, невідомими залишались дані про пружні й непружні властивості цих матеріалів, а також про фізичні механізми, що їх визначають при низьких температурах. Між тим, саме вони містять експериментальні дані про динаміку дислокацій в первинному і вторинному рельєфі Пайєрлса та взаємодію дислокацій з домішковими центрами, з електронними й квазілокальними збудженнями в НС і УДЗ металах. Безсумнівний інтерес представляло питання про вплив зміни стану структури матеріалів на низькотемпературні акустичні резонанси, що спостерігалися раніше у крупнозернистих аналогах. Слід було очікувати, що велика кількість границь розділу, сильне розупорядкування кристалічної ґратки у випадку одержання НС і УДЗ матеріалів методом інтенсивної пластичної деформації (ІПД) суттєво вплине на динамічну поведінку дефектів структури в кристалах при низьких температурах. Можна також було припустити, що сильний статистичний розкид геометричних і енергетичних характеристик дефектів у НС матеріалах наближає деякі їхні властивості до властивостей стекол. Оскільки найбільш поширеним методом одержання УДЗ і НС металів і сплавів є використання інтенсивної пластичної деформації, важливим завданням представлялося вивчення проблеми стабільності нерівноважних структур УДЗ і НС матеріалів, виготовлених за різними технологічними схемами. Перераховані проблеми визначили **актуальність** виконаної дисертаційної роботи.

Зв'язок роботи з науковими програмами, планами, темами: дисертаційна робота виконана у Фізико-технічному інституті низьких температур імені Б.І. Веркіна НАН України в рамках тематичних планів по відомчих тематиках: “Нові закономірності й механізми непружної деформації твердих тіл в умовах помірного й глибокого охолодження” (№ держреєстрації 0107U000943, шифр 1.4.10.8.9, 2007-2011 рр.), “Фізико-механічні властивості нанокристалічних, ультрадрібнозернистих і аморфних твердих тіл в умовах низьких і наднизьких температур” (№ держреєстрації 0112U002638, шифр 1.4.10.8.10, 2012-2014 рр.), «Дослідження закономірностей і механізмів низькотемпературної деформації сучасних структурно модифікованих матеріалів» (№ держреєстрації 0115U001160, шифр 1.4.10.8.11, 2015-2017 рр.), «Фізичні механізми непружної деформації наноструктурних кристалічних матеріалів, високоентропійних сплавів і полімерних композицій в умовах помірного й глибокого охолодження» (№ держреєстрації 0118U003109, шифр 1.4.10.8.12, 2018 - 2020 рр.). У виконанні роботи по цим темам автор дисертації брала участь як виконавець – аспірант та молодший науковий співробітник відділу.

Мета і завдання дослідження. Метою дисертаційної роботи є отримання нової інформації про елементарні механізми рухливості дислокацій у наноструктурних та ультрадрібнозернистих металах і сплавах в області низьких температур. Передбачалось, що цієї мети буде досягнуто шляхом експериментального дослідження впливу фрагментації зерен на низькотемпературні акустичні властивості низьки металевих матеріалів і аналізу експериментальних даних, отриманих у широкому інтервалі температур одним із високочутливих і вибіркових методів акустичної спектроскопії.

Для досягнення мети ставилися та вирішувалися такі **задачі:**

- дослідити температурні залежності логарифмічного декременту коливань та динамічного модуля Юнга низьки наноструктурних і ультрадрібнозернистих металів і сплавів з різною структурою й морфологією, отриманих методами інтенсивної пластичної деформації: Cu, Cu-Nb, Zr, Ti;
- виявити аномальні акустичні ефекти при низьких температурах і встановити мікроскопічні механізми, відповідальні за виявлені ефекти;
- вивчити вплив фрагментації зерен на рухливість дислокацій у первинному і вторинному рельєфі Пайерлса та на взаємодію дислокацій із точковими дефектами в наноструктурних і ультрадрібнозернистих металах.

Об'єктом дослідження є динамічна поведінка дислокацій у кристалах при низьких температурах, тому що саме динаміка дислокацій багато в чому визначає механічні характеристики твердих тіл, насамперед, динамічну пружність, внутрішнє тертя, пластичність і міцність кристалів.

Предметом дослідження є вивчення низькотемпературних спектрів акустичної релаксації в НС зразках технічно чистої міді (Cu), двофазного волокнистого композита мідь-ніобій (Cu-32 об.% Nb), цирконію (Zr) і титану (Ti), отриманих різними методами ПД із крупнозернистих полікристалів. В інтервалі температур 2.5 – 340 К виявлені й проаналізовані особливості акустичних властивостей цих металів, обумовлені взаємодією пружних коливань із дислокаціями й квазілокальними збудженнями в кристалах. Вибір перерахованих матеріалів дослідження пов'язаний

із їх широким використанням у ядерній енергетиці, криогенній і аерокосмічній техніці.

Методи дослідження НС матеріалів. Для вирішення поставлених у дисертаційній роботі завдань використовується метод подвійного складеного вібратора, пристосований до низькотемпературних вимірювань. Цей метод забезпечує неруйнівний характер вимірів, високу чутливість до структурних перебудов у зразках, високу точність і відтворюваність. Для одержання даних про мікроструктуру досліджених металів і сплавів застосовується рентгеноструктурний аналіз, трансмісійна електронна мікроскопія, металографія. Виміри проводяться в широкому інтервалі температур із застосуванням скраплених азоту і гелію у якості холодоагентів. При аналізі експериментальних даних використовуються методи теоретичної фізики й чисельного аналізу із застосуванням спеціалізованого пакета програм "Mathcad 12".

Наукова новизна отриманих результатів:

1. Встановлено, що виявлені в наноструктурних Cu й волокнистому композиті Cu-32об.%Nb піки внутрішнього тертя обумовлені низькотемпературною динамікою руху дислокаційних сегментів у первинному й вторинному рельєфах Пайерлса міді й мідної матриці. Це підтверджується отриманими значеннями активаційних параметрів, які близькі до параметрів низькотемпературного піка Бордоні і його сателіта (піка Ніблетта-Уілкса), виявлених раніше в крупнозернистій міді.

2. Вперше виконаний статистичний аналіз активаційних параметрів (енергії активації) піка Бордоні в наноструктурній міді на основі припущення, що причиною уширення піка є випадковий розкид енергії активації елементарних релаксаторів внаслідок сильного спотворення кристалічної структури. Встановлено, що експериментальні результати можуть бути добре аргументовані в рамках теорії Зегера, яка розглядає в якості релаксаторів для піка Бордоні термічно активоване зародження пар кінків на дислокаційних сегментах, що лежать у долинах потенціального рельєфу Пайерлса. Отримані емпіричні оцінки напруження Пайерлса, інтегральної густини внутрішньозеренних дислокацій, характеристик геометричних кінків на дислокаціях.

3. Вперше встановлено, що виявлений раніше у відпаленому крупнозернистому цирконії релаксаційний пік внутрішнього тертя поблизу 250 К зберігається після інтенсивної пластичної деформації у наноструктурному Zr, але його висота збільшується приблизно в 10 разів, а температура локалізації зсувається в бік низьких температур. Крім того, після інтенсивної пластичної деформації у наноструктурному Zr вперше зареєстрований новий пік внутрішнього тертя в зоні помірно низьких температур поблизу 80 К. Отримані оцінки активаційних параметрів спостережуваних піків у наноструктурному Zr і показано, що вони обумовлені різними термоактивованими дислокаційними процесами: взаємодією дислокацій з домішками й утворенням пар кінків на дислокаціях.

4. Встановлено, що в результаті витримки зразків при кімнатній температурі (старіння) і високотемпературного відпалу основні параметри виявлених

акустичних аномалій (висота, ширина й температура локалізації піків) суттєво змінюються, що є відображенням нестабільності структур сильнофрагментованих зразків, створених шляхом застосування різних схем інтенсивної пластичної деформації.

5. На температурних залежностях модуля Юнга $E(T)$ наноструктурних зразків Ti і Zr в інтервалі температур $2 < T < 20$ К вперше виявлена склоподібна особливість – перехід від степеневого до логарифмічного закону з температурою кросовера $T_c \approx 7$ К, яка свідчить про наявність у наноструктурному металі склоподібної підсистеми або «фази скла». Показано, що ця особливість обумовлена наявністю в дрібних зернах фрагментів дислокаційних ліній нанометрових розмірів із широким статистичним розподілом їх параметрів.

Практичне значення отриманих результатів. Одержання нових відомостей про динамічну поведінку дефектних структур кристалів, встановлення мікроскопічних механізмів низькотемпературної пружної і непружної деформації металів і сплавів, поряд з вирішенням фундаментальних проблем фізики твердого тіла, сприяє вдосконаленню технологічних прийомів керування механічними властивостями кристалічних твердих тіл і створенню нових конструкційних матеріалів для інженерних розробок у кріогенній й аерокосмічній техніці, ядерній енергетиці, тощо.

Особистий внесок здобувача. Наукові статті [1-6], в яких представлені основні результати дисертаційної роботи, було виконано здобувачем у співавторстві. Особистий внесок здобувача полягає в особистій участі в постановці завдань, плануванні, підготовці й проведенні експериментів. Частина результатів була отримана самостійно, обробку результатів вимірів автор проводив самостійно. Обговорення, аналіз і інтерпретація отриманих результатів, формулювання основних наукових висновків, написання статей здійснювалися разом з науковим керівником і іншими співавторами. Здобувач самостійно здійснював підготовку доповідей і особисто виступав на конференціях. Таким чином, особистий внесок дисертанта є **визначальним**.

Апробація результатів дисертації. Матеріали дисертаційної роботи доповідалися й обговорювалися на наступних міжнародних і національних конференціях:

- 1-а та 2-а Всеукраїнські наукові конференції молодих вчених “Фізика низьких температур” (КМВ–ФНТ–2008 (20 - 23 травня 2008 р.), (КМВ–ФНТ–2009 (1 - 5 червня 2009 р.), Харків, Україна);
- 15th and 16th International Conferences on Internal Friction and Mechanical Spectroscopy (ICIFMS-15, July 20-25, 2008, Perugia, Italy), (ICIFMS-16, July 3-8, 2011, Lausanne, Switzerland);
- XVIII Петербурзькі читання із проблем міцності й росту кристалів, присвячені 100-річчю від дня народження члена-кореспондента АН СРСР проф. А. В. Степанова (21 - 24 жовтня 2008 р., Санкт-Петербург, Росія);
- I Всеукраїнська конференція молодих вчених “Сучасне матеріалознавство: матеріали та технології” (СММТ-2008, 12-14 листопада 2008 р.) Київ, Україна;
- 3-я та 5-а Міжнародні науково-практичні конференції “Структурна релаксація у твердих тілах” (ICRS-3, 19-21 травня 2009 р. та ICRS-5, 26-28 травня 2015 р.), Вінниця, Україна;

- IX, XI та XIII Міжнародні конференції “Фізичні явища у твердих тілах” (1-4 грудня 2009 р., 3-6 грудня 2013 р та 5-8 грудня 2017 р.) Харків, Україна;
- 1st, 2nd, 4th - 6th International Conferences for Young Scientist “Low Temperature Physics” ICYS LTP (7-11 June 2010, 6-10 June 2011, 3-7 June 2013, 2-6 June 2014, 1-5 June 2015) Kharkiv, Ukraine;
- 9th International Conferences for Professionals and Young Scientist “Low Temperature Physics” ICPYS LTP (4-8 June 2018) Kharkiv, Ukraine;
- XXII Міжнародна конференція “Релаксаційні явища у твердих тілах” (14-17 вересня 2010 р., Воронеж, Росія);
- 51-а й 55-а Міжнародні конференції “Актуальні проблеми міцності” (16-20 травня 2011 р. і 9-13 червня 2014 р.), Харків, Україна;
- 12th International Symposium on Physics of Materials (ISPMA 12, 4 - 8 September 2011, Prague, Czech Republic);
- 4-я Міжнародна конференція “Деформація й руйнування матеріалів і наноматеріалів” DFMN-2011 (25-28 жовтня 2011 р., Москва, Росія);
- Міжнародна конференція молодих вчених “ІЕФ-2013” (20-23 травня 2013 р., Ужгород, Україна).

Публікації. Результати, викладені в дисертації, опубліковані в 6 статтях [1-6] у провідних наукових журналах, що індексуються у наукометричній базі даних Scopus, і 30 тезах у збірниках праць міжнародних і національних конференцій [7-36].

Структура дисертації. Дисертація складається з анотації, змісту, переліку умовних позначень і скорочень, вступу, п’яти розділів, висновків, списку використаних джерел та одного додатку. Загальний обсяг дисертації складає 178 сторінок, вона містить 49 рисунків, 11 таблиць та список використаних джерел із 120 найменувань на 12 сторінках.

ОСНОВНИЙ ЗМІСТ РОБОТИ

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

У **вступі** коротко обґрунтована актуальність теми дисертаційної роботи, визначені мета та основні завдання досліджень, об’єкти, предмет і методи досліджень. Сформульована та викладена наукова новизна і практична значимість отриманих результатів, наведені дані про особистий внесок дисертанта, про апробацію роботи та публікації за темою дисертації, а також подається інформація про структуру та обсяг.

У **першому розділі «Вивчення низькотемпературних дислокаційних процесів в ультрадрібнозернистих й наноструктурних металах і сплавах методами акустичної спектроскопії (огляд літератури)»** представлена коротка характеристика методів одержання, структури й механічних властивостей УДЗ і НС металів, сучасного стану теоретичного й експериментального дослідження динамічних мо-

дулів пружності й дислокаційного внутрішнього тертя в ГЦК і ГЦП металах у КЗ стані.

Другий розділ «Методика експерименту» присвячений обґрунтуванню вибору й опису методик експериментів, результати яких аналізуються в даній роботі. Описані методи приготування й визначення основних характеристик досліджених зразків, а також приведені основні характеристики використаного для низькотемпературних акустичних вимірювань обладнання.

У даній роботі в області частот 70 – 360 кГц динамічні властивості дислокацій вивчалися в інтервалі температур 2 – 340 К одним з найбільш придатних для завдань даного дослідження методів акустичної спектроскопії – методом подвійного складеного вібратора в амплітудно незалежній області (ультразвукова деформація $\varepsilon_0 \sim 1 \cdot 10^{-7}$). Досліджувалися метали Cu, Cu-Nb, Zr і Ti з різною кристалічною структурою, чистотою й ступенем структурної досконалості. Для фрагментації зеренної структури зразків були використані різні методи ПД (рівноканальне кутове пресування (РККП), гідроекструзія, волочіння, кріовальцювання).

Третій розділ «Термоактивоване зародження пар кінків на дислокаціях в наноструктурній міді й волокнистому нанокompозиті Cu-Nb» присвячений опису та аналізу експериментальних результатів, отриманих при вивченні низькотемпературної акустичної релаксації в НС Cu і волокнистому композиті Cu-Nb. Проведений систематичний аналіз впливу змін дислокаційної структури (при пластичній деформації, термоциклюванні, вилежуванні й відпалі) і частоти коливань на параметри низькотемпературного піка Бордоні. Описана фізична інтерпретація результатів експериментального дослідження піків Бордоні в НС Cu і Cu-Nb з позицій статистичної теорії низькотемпературного термічно активованого релаксаційного резонансу.

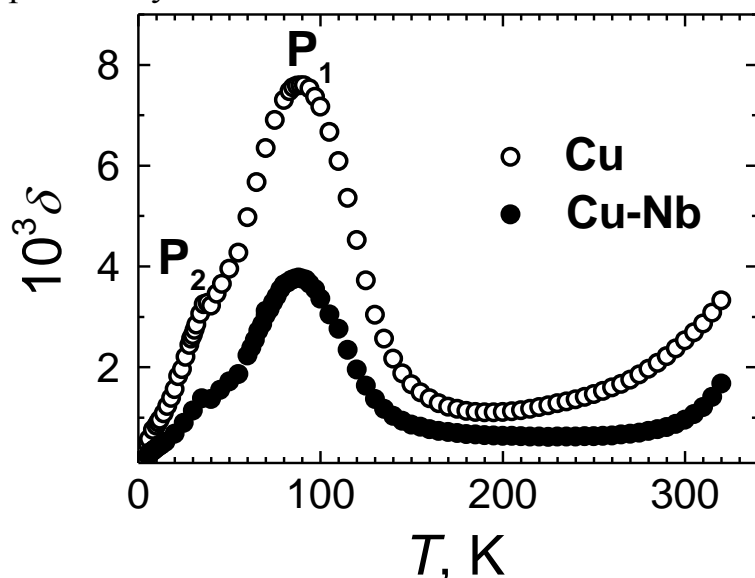


Рис. 1. Температурні залежності декременту коливань $\delta(T)$ НС Cu і волокнистого нанокompозита Cu-Nb.

У підрозділі 3.1 описано результати дослідження низькотемпературних акустичних властивостей наноструктурної міді й нанокompозита Cu-32об.%Nb. На температурних залежностях декременту коливань цих зразків був виявлений пік внутрішнього тертя P_1 в області температур порядку 90 К (рис. 1). Крім того, на висхідній (низькотемпературній) гілці піка був виявлений невеликий сателіт основного піка P_2 при $T_{P_2} \approx 35$ К. Збільшення частоти коливань приводило до зростання температур піків T_{P_1} і T_{P_2} . Це дозволило припустити, що

виявлені піки поглинання ультразвуку обумовлені термічно активованими релаксаційними процесами.

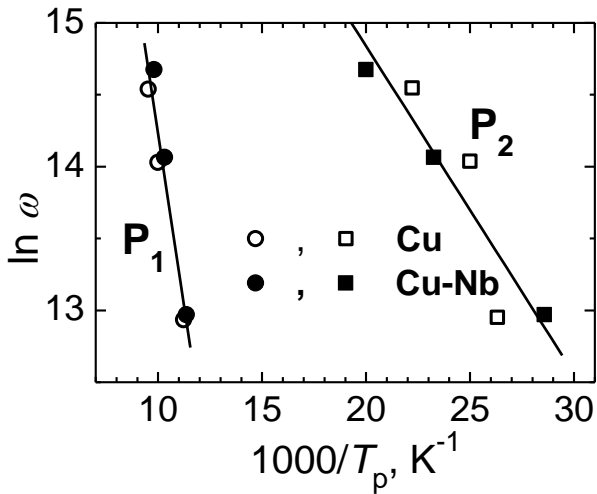


Рис. 2. Графік Арреніуса для піків P_1 і P_2 у зразках НС Cu і волокнистого нанокомпозита Cu-Nb.

пар перегинів на прямолінійних відрізках дислокацій, що лежать у долинах Пайєрлса, а пік P_2 (пік Ніблетта- Уїлкса) – дифузією геометричних кінків уздовж дислокаційних ліній, що складають невеликий кут з напрямком щільного пакування атомів.

У підрозділі 3.3 проведений статистичний аналіз активаційних параметрів піка Бордоні. Ширина піка Бордоні, що спостерігається в експерименті, майже в 3 рази перевищує ширину дебаєвського піка. Розширення піка може бути пов'язане з тим, що в реальному кристалі динамічна релаксація характеризується не одним значенням τ , а деяким спектром часів релаксації. У якості можливих причин існування розподілу часів релаксації можуть служити наявність у кристалі внутрішніх напружень і/або статистичних варіацій локального впорядкування багатокомпонентних систем. Структурні неоднорідності такого типу повинні приводити до майже безперервного розподілу значень τ .

У підрозділі 3.4 показаний вплив відпалу на параметри динамічної релаксації Бордоні в НС Cu і Cu-Nb. У процесі старіння й відпалу в структурі зразків можуть відбуватися істотні зміни: починають змінюватися параметри дислокаційної структури, зокрема, зменшується щільність дислокацій A і змінюється середня довжина дислокаційних сегментів L_c .

У підрозділі 3.2 отримана оцінка активаційних параметрів низькотемпературної релаксації. На рис. 2 наведений графік Арреніуса для піків P_1 і P_2 , а відповідні активаційні параметри й інші характеристики піків – у табл. 1.

Одержані оцінки активаційних параметрів дозволили зробити висновок про те, що виявлені піки внутрішнього тертя визначаються низькотемпературною динамікою руху дислокаційних сегментів у первинному й вторинному рельєфах Пайєрлса в міді й мідній матриці НС композита, а саме пік P_1 (пік Бордоні) обумовлений термічно активованим релаксаційним процесом – зародженням

Таблиця 1. Основні характеристики низькотемпературних піків внутрішнього тертя в Cu і Cu-Nb.

Параметр	Пік P_1		Пік P_2	
	Cu	Cu-Nb	Cu	Cu-Nb
T_p, K	91	88	38	35
$10^3 \delta_{r \max}$	7.05	4.03	–	–
U_0, eV	0.095	0.093	0.017	0.017
$10^{10} \tau_0, c$	14	0.1	10	80

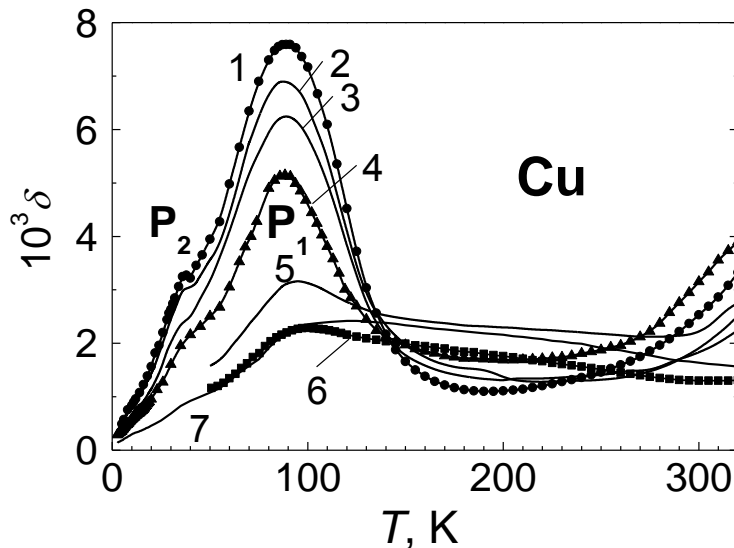


Рис. 3. Температурні залежності декременту $\delta(T)$ НС Cu: після ПД (1); після витримки при кімнатній температурі протягом 8 (2) і 16 (3) міс.; після відпалу протягом 30 хв. при 100°C (4), 130°C (5), 150°C (6) і 300°C (7).

повехонь розділу мідь-ніобій при термоциклюванні в інтервалі температур $320 - 5 - 320$ К.

При досягненні температури первинної рекристалізації T_{cryst} відбувається збільшення середнього розміру зерен. Крім того, при підвищених температурах істотні зміни можуть зазнавати поля внутрішніх напружень за рахунок появи додаткових каналів релаксації й збільшення швидкості дифузійних процесів.

Основні результати розділу опубліковано в роботах [1,3,4,7,9-12,20,21,23,24,26,34].

Четвертий розділ «Термоактивоване відкріплення дислокацій від домішок у наноструктурному й крупнозернистому цирконії» присвячений аналізу експериментальних результатів, отриманих при вивченні низькотемпературної акустичної релаксації в НС Zr. Проведений систематичний аналіз впливу змін дислокаційної структури (при пластичній деформації, термоциклюванні, вилежуванні й відпалі) і частоти коливань на параметри низькотемпературного піка Хасігуті. Описана фізична інтерпретація результатів екс-

Зменшення висоти піка при старінні й відпалі зразків НС Cu (рис. 3) може бути наслідком істотного зменшення числа місць успішного зародження пар кінків (активних релаксаторів) через значне зменшення сумарної довжини дислокаційних сегментів (щільності дислокацій). Високотемпературний відпал сильно фрагментованих зразків композита Cu-Nb не призводив до істотного зменшення висоти піка (рис. 4). Це може бути обумовлене наявністю мікропластичної деформації більш пластичної міді, що виникає у композиті завдяки дії термопружних напружень поблизу

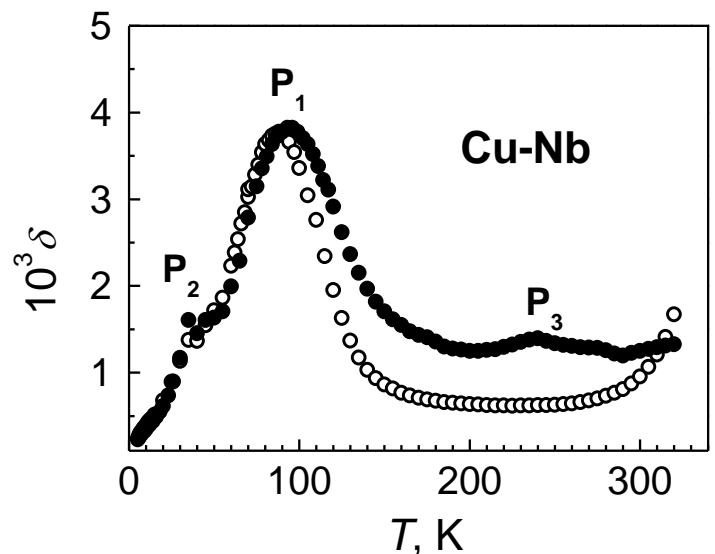


Рис. 4. Температурні залежності декременту $\delta(T)$ вихідних і відпалених зразків НС композиту Cu-Nb: ○ - вихідний зразок, ● - після відпалу у вакуумі протягом 1 год. при 477°C .

периментального дослідження піків Хасігуті в НС Zr з позицій статистичної теорії низькотемпературного термічно активованого релаксаційного резонансу.

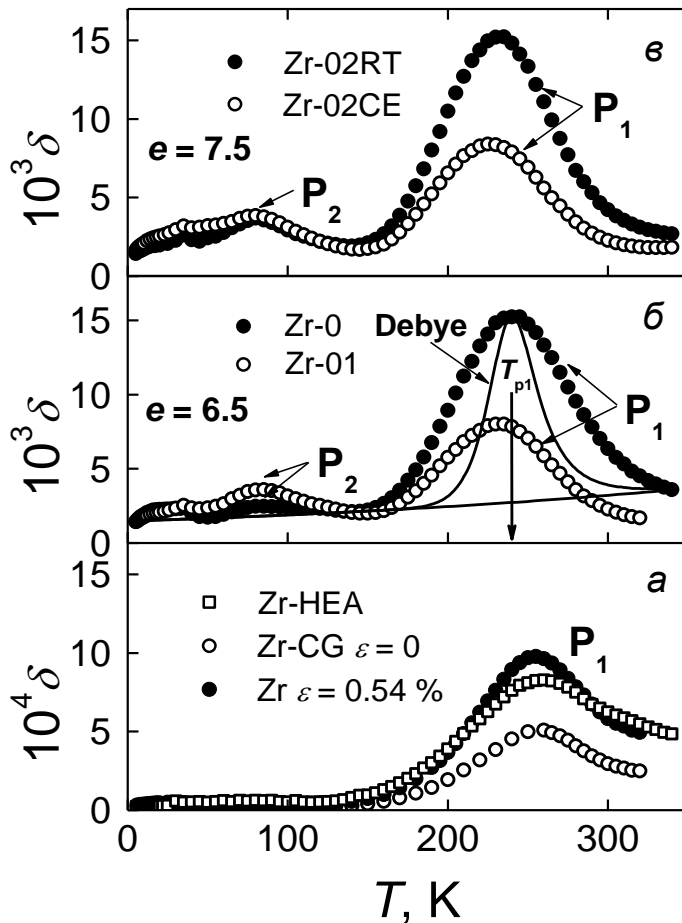


Рис. 5. Температурні залежності $\delta(T)$ для КЗ (а) і НС (б,в) зразків Zr з різним середнім розміром зерна: Zr-0 – $d = 392$ нм, Zr-01 – $d = 117$ нм, Zr-02RT – $d = 113$ нм, Zr-0CE – $d = 100$ нм.

спостерігалися два піки внутрішнього тертя: пік P_1 і з'являвся додатковий пік P_2 поблизу 80 К (рис. 5б,в). Висота піка P_1 у сильнодеформованому (наноструктурному) Zr зростала в 10 – 20 раз, у порівнянні з рекристалізованим крупнозернистим цирконієм, а температура піка систематично знижувалася до 225 К.

Таблиця 2. Параметри піків внутрішнього тертя в крупнозернистих і наноструктурних зразках Zr

Зразки	Пік P_1			Пік P_2		
	U_0 , еВ	τ_0 , с	δ_{\max} , 10^{-3}	U_0 , еВ	τ_0 , с	δ_{\max} , 10^{-3}
Zr-HEA	0.37	$3 \cdot 10^{-14}$	0.84	–	–	–
Zr-0	0.37	$4 \cdot 10^{-14}$	13.3	0.078	$3 \cdot 10^{-11}$	1.54
Zr-01	0.35	$5 \cdot 10^{-14}$	6.64	0.085	$2 \cdot 10^{-11}$	2.66
Zr-02RT	0.36	$4 \cdot 10^{-14}$	14.2	0.075	$4 \cdot 10^{-11}$	2.52
Zr-02CE	0.32	$1 \cdot 10^{-13}$	6.87	0.087	$5 \cdot 10^{-12}$	2.69

У підрозділі 4.1 описано результати дослідження низькотемпературних акустичних властивостей відпаленого (рекристалізованого) і сильнодеформованого наноструктурного цирконію. На рис. 5а показана температурна залежність декремента коливань $\delta(T)$ для відпаленого (рекристалізованого) цирконію. Для порівняння на цьому ж малюнку наведені дані для добре відпаленого й потім слабо деформованого ($\epsilon = 0.54$ %) полікристалічного цирконію на частоті коливань ~ 91 кГц [Phys. Status Solidi. – 1991. – A125. – K13-K16]. Рисунок показує, що навіть у добре відпалених зразках на залежностях $\delta(T)$ поблизу 255 К спостерігається чітко виражений пік внутрішнього тертя P_1 , висота якого зростала майже вдвічі після невеликої пластичної деформації. В області низьких температур піки внутрішнього тертя у відпалених зразках були відсутні. На відміну від цього, у сильнодеформованих зразках спостерігалися два піки внутрішнього тертя: пік P_1 і з'являвся додатковий пік P_2 поблизу 80 К (рис. 5б,в). Висота піка P_1 у сильнодеформованому (наноструктурному) Zr зростала в 10 – 20 раз, у порівнянні з рекристалізованим крупнозернистим цирконієм, а температура піка систематично знижувалася до 225 К.

Наближені оцінки енергії активації U_0 і періоду спроб τ_0 можна одержати графічно, проводячи вимірювання на декількох частотах і відкладаючи отримані дані на графіку Арреніуса (рис. 6).

Експериментально знай-

дені значення активаційних параметрів піків P_1 і P_2 (табл. 2) показують, що вони обумовлені різними динамічними релаксаційними процесами. Суттєво більш низькі значення енергії активації $U_0 \sim 0.1$ еВ і більш високі значення періоду спроб $\tau_0 \sim 10^{-11}$ с, отримані для піка P_2 , характерні для процесу руху дислокацій через бар'єри Пайерлса по механізму термоактивованого зародження парних кінків. Визначена по частотному зсуву енергія активації піка P_1 виявилася рівною $U_0 \approx 0.32 - 0.37$ еВ, а період спроб – $\tau_0 \sim 10^{-13}$ с, що дозволяє віднести його до сімейства так званих піків Коїви-Хасігуті (КХ-піків), обумовлених процесами термічно активованих відривів дислокаційних сегментів від локальних дефектів кристалічної структури (домішкових атомів).

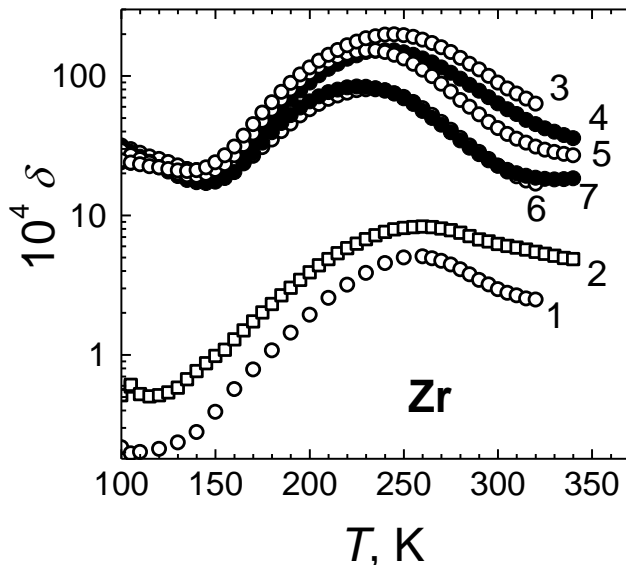


Рис. 7. Температурні залежності декременту коливачь у зразках цирконію з різним середнім розміром зерна \bar{d} :

1 – зразок Zr-K3, $\bar{d} = 150$ мкм; 2 – Zr-HEA, $\bar{d} = 12$ мкм; 3 – Zr-HEAD, $\bar{d} = 2$ мкм; 4 – Zr-0, $\bar{d} = 392$ нм; 5 – Zr-01, $\bar{d} = 117$ нм; 6 – Zr-02RT, $\bar{d} = 113$ нм; 7 – Zr-02CE, $\bar{d} = 100$ нм.

що вже на перших стадіях застосування ПД висота піків зростала більш ніж на порядок у порівнянні з недеформованими й відпаленими зразками. Ускладнення схем ПД і збільшення сумарної пластичної деформації e (і/або зменшення середнього

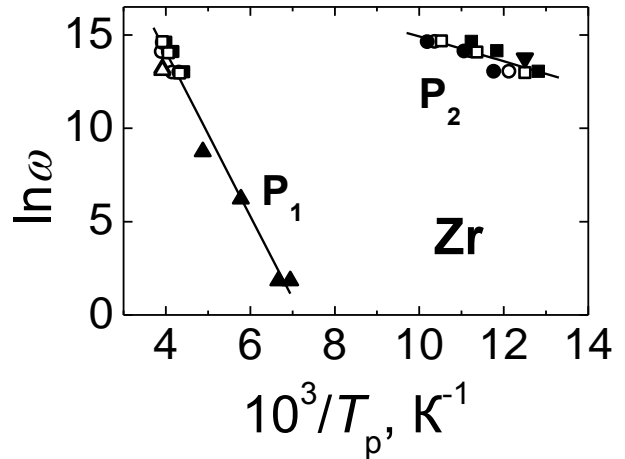


Рис. 6. Графік Арреніуса для піків акустичної релаксації P_1 і P_2 у крупнозернистому (Δ) і інтенсивно деформованому (\circ – Zr-0, \bullet – Zr-01, \square – Zr-02RT, \blacksquare – Zr-02CE) цирконії.

У підрозділі 4.2 описано вплив ПД на основні параметри КХ-піка. У результаті інтенсивної пластичної деформації зразків температурні залежності декременту коливачь $\delta(T)$ зазнавали ряд істотних змін (див. рис. 7): 1) значно зростали фонові значення декременту коливачь $\delta_{BG}(T)$; 2) суттєво збільшувалася висота релаксаційної складової піка $\delta_{r \max}^{KH} = (\delta - \delta_{BG})(T_P^{KH})$; 3) систематично знижувалася температура локалізації піка T_P^{KH} ; 4) трохи зменшувалася ширина піка $\Delta(1/T_{0.5}^{\mp})^{KH} = 1/T_{0.5}^- - 1/T_{0.5}^+$, визначена як різниця обернених температур, що відповідають половинній висоті піка $\delta_{r \max}/2$ з обох сторін від $1/T_P^{KH}$.

У підрозділі 4.3 проведено аналіз еволюції параметрів КХ-піка. Рис. 5, рис. 7 і рис. 8а показують,

розміру зерна \bar{d}) не призводили до подальшого збільшення висоти релаксаційного піка. Більше того, спостерігалася тенденція до деякого її зменшення для найбільш фрагментованих зразків.

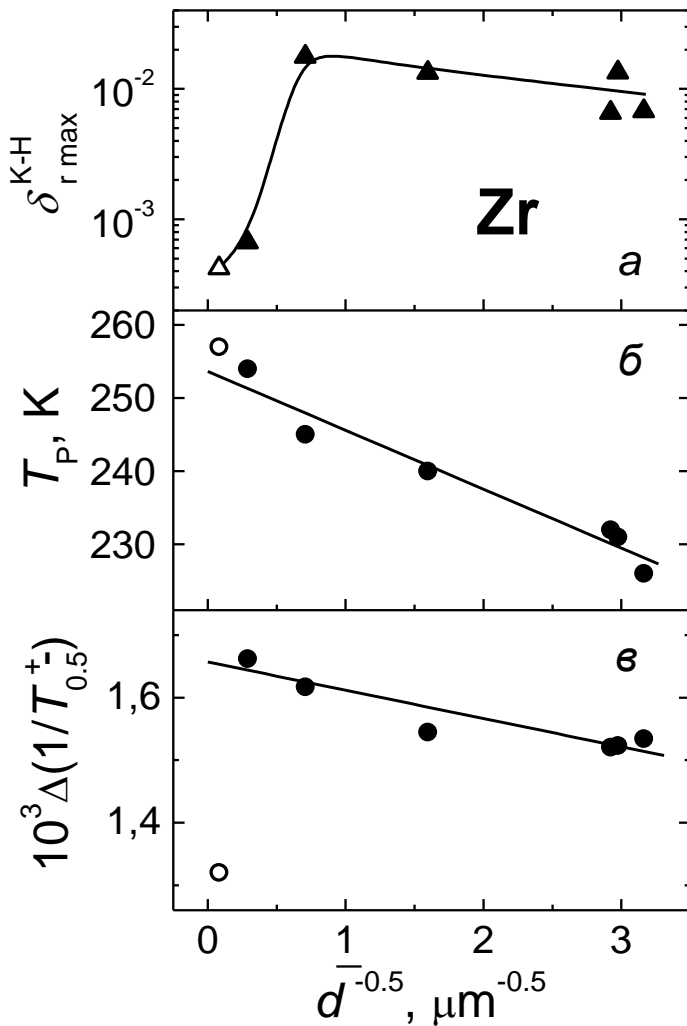


Рис. 8. Залежність висоти (а), температури (б) і ширини (в) КХ-піка в полікристалічному цирконії від середнього розміру зерна \bar{d} .

складних схем ПД, виявилися найменш стійкими до дії підвищеної температури.

На відміну від температури піка, його ширина при відпалі не зазнавала повернення (мірою розширення піка є параметр β логнормального статистичного розподілу часів релаксації). Більше того, у результаті відпалу параметр β продовжував зменшуватися (табл. 3). Це свідчить про те, що, принаймні, на початковій стадії рекристалізації зразків УДЗ цирконію розкид значень активаційних параметрів динамічної КХ-релаксації не збільшувався, а навіть трохи зменшувався.

Зменшення сили релаксації Δ_M^{KH} , очевидно, є наслідком зниження густини дислокацій і, відповідно, зменшення числа діючих релаксаторів. Основні результати розділу опубліковано в роботах [2,6,8,14,18,22,27-29,35,36].

Серед інших ефектів найбільшу увагу привертають систематичне зниження температури піка T_p^{KH} та зменшення його ширини $\Delta(1/T_{0.5}^+)^{KH}$ при зменшенні середнього розміру зерна в зразках (рис. 8 б,в). Ширина релаксаційних піків обох типів обернено пропорційна енергії активації U_0 , у той час як температура локалізації піків прямо пропорційна цій величині. Оскільки в наших експериментах ширина й температура піка зменшуються зі зменшенням середнього розміру зерна, ясно, що ці ефекти неможливо пояснити зміною U_0 .

У підрозділі 4.4 показаний вплив відпалу на параметри динамічної релаксації Коїви-Хасігуті. У результаті відпалу температура локалізації піка T_p^{KH} зростала, тобто спостерігалася часткове повернення цього параметра КХ-піка (див. табл. 3). Збільшення температури піка було тим більше, чим більш фрагментованими були зразки. Очевидно, що структури УДЗ зразків, створені шляхом застосування

Таблиця 3. Зміна параметрів КХ-пиків у результаті відпалу протягом 1 години при 425 К.

Зразок	Zr-0		Zr-01		Zr-02RT		Zr-02CE	
	до	після	до	після	до	після	до	після
T_p , К	240	242 (+ 2)	232	236 (+ 4)	231	239 (+ 8)	226	236 (+10)
β	3.43	3.42 (-0.01)	2.97	2.65 (-0.32)	3.12	2.6 (-0.52)	2.88	2.3 (-0.58)
$10^2 \Delta_M^{KH}$	7.64	5.33 (-30.2%)	3.37	2.49 (-26.1%)	7.13	6.35 (-10.9%)	3.38	2.69 (-20.4%)

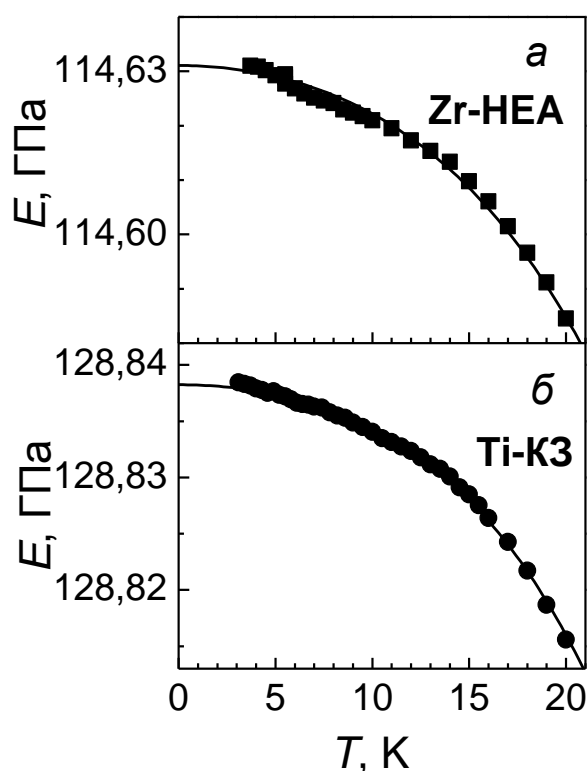


Рис. 9. Температурні залежності динамічного модуля Юнга $E^{K3}(T)$ для КЗ полікристалів Zr-HEA (а) і Ti-КЗ (б) в області низьких температур і їх апроксимації (суцільні лінії).

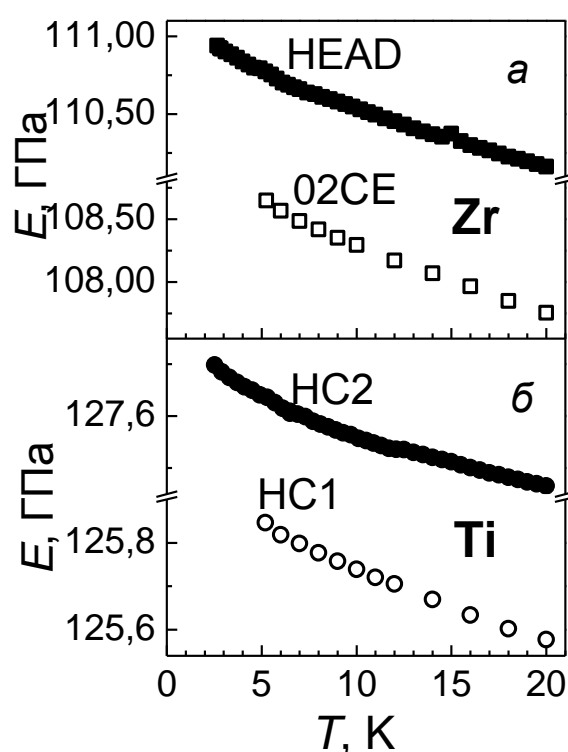


Рис. 10. Температурні залежності динамічного модуля Юнга $E^{HC}(T)$ для наноструктурних зразків: (а) Zr-02CE й Zr-HEAD, (б) Ti-HC1 і Ti-HC2.

П'ятий розділ «Низькотемпературні аномалії склоподібного типу при вивченні акустичних властивостей УДЗ і НС металів» присвячений детальному зіставленню й установленню аналогії динамічних властивостей фрагментів дислокаційних ліній з динамікою квазілокальних збуджень у стеклах – так званих дворівневих тунельних систем (ДРС), релаксаційних систем (РС) і гармонійних осциляторів (ГО), які в теорії стекл залучаються для опису їх властивостей при низьких температурах. Проведений порівняльний аналіз низькотемпературних значень динамічного модуля Юнга КЗ і НС металів із ГЦП решіткою – Zr і Ti.

У **підрозділі 5.1** описано зміну поведінки динамічного модуля Юнга в КЗ та НС Zr і Ti. Температурні залежності модуля Юнга $E^{KЗ}(T)$ крупнозернистих полікристалів Zr-HEA й Ti-КЗ, виміряні в інтервалі 2-20 К, показані на рис. 9. Аналогічні вимірювання на зразках обох металів у НС стані виявили якісно інший характер залежності $E^{HC}(T)$: для Zr-02CE й Zr-HEAD ця залежність показана на рис. 10а, а для Ti-НС1 і Ti-НС2 – на рис. 10б. У наноструктурному стані зберігається монотонний характер убуття модуля Юнга при підвищенні температури, але кривизна

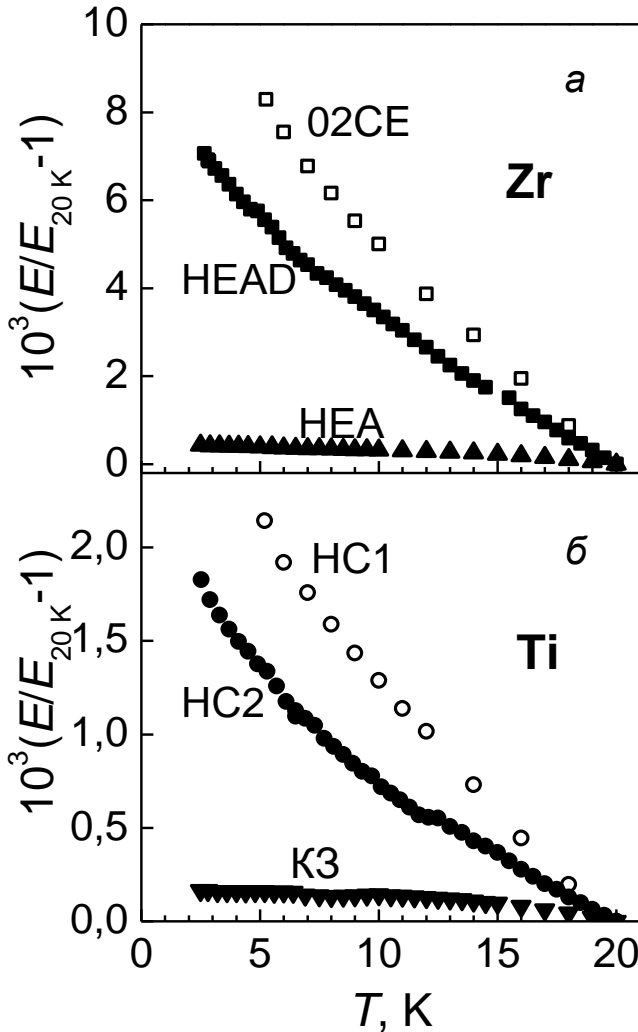


Рис. 11. Температурні залежності динамічного модуля Юнга $E(T)$ для всіх вивчених КЗ і НС зразків (рис. 9 і рис. 10), нормовані на значення E (20 К): а - цирконій, б - титан.

графіків функцій $E^{HC}(T)$ здобуває позитивний знак ($d^2E^{HC}(T)/dT^2 > 0$). Для всіх вивчених нами структурних станів Zr і Ti такі залежності показані на рис. 11. На цьому малюнку добре видно, що зміна КЗ стану металу на НС значно збільшує чутливість модуля Юнга до зміни температури: $|\frac{d}{dT} E^{HC}(T)| \gg |\frac{d}{dT} E^{KЗ}(T)|$, значення похідних відрізняється більше ніж в 10 раз.

У **підрозділі 5.2** зіставляються динамічні властивості дислокацій із квазілокальними коливаннями в стеклах. Трансформація залежностей $E^{KЗ}(T)$ на рис. 9 у залежності $E^{HC}(T)$ на рис. 10 відбулася внаслідок ПД кристалів, яка викликає сильні викривлення кристалічної структури й зростаюче розупорядкування атомних конфігурацій. Такі викривлення можна інтерпретувати як появу в кристалі склоподібної підсистеми або «фази». Тому доцільно було порівняти зареєстровану в наших експериментах залежність $E^{HC}(T)$ з відповідними залежностями для стекел $E^{MC}(T)$, які досить добре описуються в рамках моделі МАП.

Основні результати розділу опубліковано в роботах [5,13,15-17,19,25,30-33].

ВИСНОВКИ

У дисертаційній роботі в інтервалі температур 2 - 340 К методами акустичної спектроскопії вивчені динамічні дислокаційні релаксаційні процеси в наноструктурних Cu, Cu-Nb, Zr і Ti, приготованих із застосуванням різних схем інтенсивної пластичної деформації, вивчена стабільність їх структури при тривалій витримці при кімнатній температурі та по відношенню до високотемпературного відпалу, а також проведено теоретичний аналіз отриманих результатів. Зокрема, детально вивчені низькотемпературні релаксаційні резонанси Бордоні в НС міді, мідь-ніобієвому композиті та у НС цирконії, а також релаксаційний резонанс Хасігуті, у НС цирконії. При переході від КЗ до НС стану спостерігаються зміни температури, ширини й форми піків акустичної релаксації, поява нових піків, а також зміна абсолютних значень модуля Юнга і якісної поведінки температурних залежностей модулів пружності. Запропонована послідовна й несуперечлива інтерпретація виявлених ефектів, яка ґрунтується на припущеннях про термоактивованій характер релаксаційних процесів, що відповідають за появу даних піків, і про наявність статистичного розкиду значень їх активаційних параметрів. У рамках цих припущень показано, що значна структурна чутливість параметрів низькотемпературних піків (висоти, ширини й температури локалізації піків) може бути інтерпретована як залежність параметра дисперсії, що характеризує ступінь статистичного розкиду значень активаційних параметрів, від зовнішніх факторів (пластичної деформації, впливу термопружних напруг, опромінення і т.д.).

Кінцевим результатом роботи є розширення й поглиблення уявлень динамічної теорії дислокаційного внутрішнього тертя в наноструктурних кристалах. З поміж одержаних в дисертаційній роботі результатів, слід відзначити наступні положення:

1. Уперше встановлено, що виявлені в наноструктурній міді й сильно фрагментованому НС волокнистому композиті Cu-32 об.% Nb піки внутрішнього тертя визначаються низькотемпературною динамікою руху дислокаційних сегментів у первинному й вторинному рельєфах Пайерлса міді і мідної матриці. Це підтверджується отриманими значеннями активаційних параметрів, які близькі до параметрів низькотемпературного піка Бордоні і його сателіта (піка Ніблетта-Уїлкса) у КЗ міді.
2. Уперше встановлено, що виявлений раніше в крупнозернистому відпаленому Zr релаксаційний пік внутрішнього тертя поблизу 250 К зберігається після ІПД, але його висота збільшується приблизно в 10 разів, а температура локалізації зміщується в область низьких температур. Крім того, після ІПД уперше зареєстрований новий низькотемпературний пік внутрішнього тертя поблизу 80 К. Отримані оцінки активаційних параметрів піків, що спостерігалися, і показано, що вони обумовлені різними термоактивованими дислокаційними процесами: взаємодією дислокацій з домішками й утворенням пар кінків на дислокаціях.
3. Уперше виконаний статистичний аналіз параметрів піка Бордоні на основі припущення, що причиною зміни параметрів піка є випадковий розкид активаційних параметрів релаксаторів внаслідок сильного розупорядкування кристалічної структури міді. Встановлено, що експериментальні результати можуть бути опи-

сані в рамках теорії Зегера, яка розглядає в якості елементарних релаксаторів для піка Бордоні термічно активоване зародження пар кінків на дислокаційних сегментах, що лежать у долинах потенційного рельєфу Пайєрлса. Отримані емпіричні оцінки для критичного напруження Пайєрлса $\sigma_p \approx 20$ МПа й інтегральної щільності внутрішньозерених дислокацій $\rho_d \approx 10^{13} \text{ м}^{-2}$.

4. Досліджена стабільність отриманих різними методами ПД УДЗ і НС структур при вилежуванні (старінні) при кімнатній температурі і високотемпературному відпалі зразків. Показано, що параметри виявлених акустичних аномалій (висота, ширина й температура локалізації піків) суттєво змінюються в результаті зменшення щільності дислокацій, зниження рівня внутрішніх напружень, зміни середнього розміру зерна. Це свідчить про недостатню стабільність структур УДЗ і НС зразків, що були створені застосованими методами ПД.
5. На температурній залежності модуля Юнга наноструктурних зразків $E^{НС}(T)$ зареєстрована особливість, характерна для низькотемпературних модулів пружності стекло – перехід при підвищенні температури від логарифмічної до степеневий залежності із температурою кроссовера $T_c \approx 6-8$ К. Дану особливість склоподібного типу на залежності $E^{НС}(T)$ для НС металів можна інтерпретувати, як наслідок взаємодії акустичних коливань із дислокаційними дворівневими системами, релаксаційними системами і гармонійними осциляторами у НС металах, отриманих методами ПД.

У дисертації намічені деякі нові напрямки досліджень і окреслені недостатньо вивчені питання динамічної поведінки дефектів у реальних кристалах в області низьких температур. У якості таких напрямків можуть бути встановлення реального спектра значень енергій активації релаксаційних резонансів за даними акустичної спектроскопії, подальше теоретичне й експериментальне вивчення впливу структурної недосконалості реальних кристалів на динаміку дислокаційних процесів. Рішення цих завдань вимагає істотного вдосконалення експериментальних методів акустичної спектроскопії, розробки нових приладів і подальшого розвитку методів обробки результатів експерименту.

СПИСОК ОПУБЛІКОВАНИХ ПРАЦЬ ЗА ТЕМОЮ ДИСЕРТАЦІЇ

1. **Ватажук Е. Н.** Низкотемпературные релаксационные процессы в наноструктурном волокнистом композите Cu-Nb / **Ватажук Е. Н.**, Паль-Валь П. П., Паль-Валь Л. Н., Нацик В. Д., Тихоновский М. А., Куприянов А. А. // ФНТ. – 2009. – Т. 35, № 5. – С. 528-536.
2. **Ватажук Е. Н.** Низкотемпературные акустические свойства наноструктурного циркония, полученного методом интенсивной пластической деформации / **Ватажук Е. Н.**, Паль-Валь П. П., Нацик В. Д., Паль-Валь Л. Н., Тихоновский М. А., Великодний А. Н., Хаймович П. А. // ФНТ. – 2011. – Т. 37, № 2. – С. 210-220.
3. **Ватажук Е. Н.**, Нацик В. Д. Статистический анализ низкотемпературного дислокационного пика внутреннего трения (пик Бордони) в наноструктурной меди // ФНТ. – 2011. – Т. 37, № 7. – С. 792-799.
4. Golovin I. S. The effect of annealing on the internal friction in ECAP-modified ultrafine grained copper / Golovin I. S., Pal-Val P. P., Pal-Val L. N., **Vatazhuk E. N.**, Estrin Y. // Solid State Phenomena. – 2012. – Vol. 184. – P. 289-294.
5. Нацик В. Д. Наблюдение низкотемпературных аномалий стекольного типа при изучении акустических свойств наноструктурных металлов / Нацик В. Д., **Ватажук Е. Н.**, Паль-Валь П. П., Паль-Валь Л. Н., Москаленко В. А. // ФНТ. – 2013. – Т. 39, № 12. – С. 1381-1396.
6. Pal-Val P. P. Change of parameters of the Koiwa-Hasiguti dynamic dislocation relaxation in nanostructured and polycrystalline zirconium after severe plastic deformation and annealing / Pal-Val P. P., Pal-Val L. N., Rybalko A. P. and **Vatazhuk E. N.** // Advances in Materials Science and Engineering. – 2018. – Vol. 2018. – P. 4170187-1-4170187-12.
7. **Ватажук Е. Н.** Низкотемпературные акустические свойства волокнистого нанокомпозита Cu-Nb / **Ватажук Е. Н.**, Паль-Валь П. П., Тихоновский М. А., Нацик В. Д., Паль-Валь Л. Н., Куприянов А. А. // Програма і тези доповідей конференції молодих вчених «Фізика низьких температур». Харків, Україна, 20 - 23 травня, 2008 р. – С. 63.
8. **Ватажук Е. Н.** Низкотемпературные акустические свойства циркония после интенсивной пластической деформации / **Ватажук Е. Н.**, Паль-Валь П. П., Тихоновский М. А., Великодний А. Н., Хаймович П. А. // Програма і тези доповідей конференції молодих вчених «Фізика низьких температур». Харків, Україна, 20 - 23 травня, 2008 р. – С. 64.
9. Pal-Val P.P. Low-temperature internal friction peak in Cu-Nb nanostructured fiber composite / Pal-Val P.P., Tikhonovsky M.A., Natsic V.D., Pal-Val L.N., **Vatazhuk E.N.**, Kupriyanov A.A. // Proc. 15th International Conference on Internal Friction and Mechanical Spectroscopy. Perugia, Italy, July 20-25, 2008. – P. 99.
10. Паль-Валь П. П. Влияние отжига на низкотемпературные акустические свойства сверхпроводящего волокнистого нанокомпозита Cu-Nb / Паль-Валь П. П., Нацик В. Д., Паль-Валь Л. Н., **Ватажук Е. Н.**, Тихоновский М. А., Куприянов А. А. // Материалы XVIII Петербургских чтений по проблемам прочности и роста кристаллов, посвященные 100-летию со дня рождения члена-корреспондента АН

СССР профессора А. В. Степанова. Санкт-Петербург, Россия, 21 - 24 октября, 2008 г. – С.209-211 (1 часть).

11. **Ватажук Е. Н.** Низкотемпературные акустические и электрофизические свойства сверхпроводящего волокнистого нанокompозита Cu-Nb / **Ватажук Е. Н.**, Паль-Валь П. П., Нацик В. Д., Паль-Валь Л. Н., Тихоновский М. А., Куприянов А. А. // «Сучасне матеріалознавство: матеріали та технології» (СММТ-2008): Тези I Всеукраїнської конференції молодих вчених (Київ, 12-14 листопада 2008 р.) – С. 163.
12. Pal-Val P. P. The Bordoni relaxation in heavily deformed copper and Cu–32 vol.% Nb fiber composite / Pal-Val P. P., Pal-Val L. N., **Vatazhuk E. N.**, Natsik V. D., Tikhonovsky M. A., Estrin Yu. Z. // Структурна релаксація у твердих тілах. Збірник наукових праць (Відп. ред. Мозговий О. В.). – Вінниця: ТОВ «Планер». – 2009. – С. 3-5.
13. Pal-Val L. N. Influence of intensive plastic deformation on temperature dependences of the Young's modulus of metals below 20 K / Pal-Val L. N., Pal-Val P. P., **Vatazhuk E. N.**, Natsik V. D., Tikhonovsky M. A., Estrin Yu. Z. // Структурна релаксація у твердих тілах. Збірник наукових праць (Відп. ред. Мозговий О. В.). – Вінниця: ТОВ «Планер». – 2009. – С. 8-10.
14. **Vatazhuk E. N.** Dislocation relaxation effects in as-received and intensively deformed Zr polycrystals / **Vatazhuk E. N.**, Pal-Val L. N., Pal-Val P. P., Tikhonovsky M. A., Velikodny A. N., Khaimovich P. A. // Структурна релаксація у твердих тілах. Збірник наукових праць (Відп. ред. Мозговий О. В.). – Вінниця: ТОВ «Планер». – 2009. – С. 15-17.
15. **Ватажук Е. Н.** Аномальное поведение модуля Юнга в области низких температур в металлах, подвергнутых интенсивной пластической деформации // Програма і тези доповідей конференції молодих вчених «Фізика низьких температур». Харків, Україна, 1 - 5 червня, 2009 р. – С. 166.
16. **Ватажук Е. Н.** Влияние направления прокатки и отжига на поведение модуля Юнга в наноструктурном Ti при низких температурах / **Ватажук Е. Н.**, Паль-Валь П. П., Паль-Валь Л. Н., Москаленко В. А., Смирнов А. Р. // Матеріали 9-ої Міжнародної конференції “Фізичні явища в твердих тілах” (1-4 грудня 2009 р.) / Під ред. В. С. Криловського, В. П. Пойди. – Харків: ХНУ. – 2009. – 146 с. – С. 46.
17. **Ватажук Е. Н.** Изменение низкотемпературных акустических свойств Ti в результате криопротатки // International Conference for Young Scientist “Low Temperature Physics” (ICYS–LTP–2010, June 7-11, 2010, Kharkiv). Conference programme and Abstract book. – P. 123.
18. **Vatazhuk E. N.** Influence of intensive plastic deformation on temperature dependences of the logarithmic decrement and the Young's modulus in Zr polycrystals in the range 2.5-340 K / **Vatazhuk E. N.**, Pal-Val P. P., Natsik V. D., Pal-Val L. N., Tikhonovsky M. A., Velikodny A. N., Khaimovich P. A. // Тезиси докладов XXII Международной конференции, 14-17 сентября, 2010. – Воронеж: Кватра, 2010. – С. 15-16.

19. Pal-Val L. N. Temperature dependences of the Young's modulus in nanostructured and recrystallized metals below 20 K / Pal-Val L. N., Pal-Val P. P., Natsik V. D., **Vatazhuk E. N.**, Moskalenko V. A., Tikhonovsky M. A. // Тезисы докладов XXII Международной конференции, 14-17 сентября, 2010. – Воронеж: Кватра, 2010. – С. 200.
20. Pal-Val P. P. Low-temperature dynamic relaxations in nanostructured Cu and Cu-Nb fiber composite / Pal-Val P. P., Pal-Val L. N., **Vatazhuk E. N.**, Natsik V. D., Tikhonovsky M. A., Estrin Yu. Z. // Тезисы докладов XXII Международной конференции, 14-17 сентября, 2010. – Воронеж: Кватра, 2010. – С. 201-202.
21. **Ватажук Е. Н.**, Нацик В. Д. Диагностика дислокационной структуры ультрамелкозернистых Cu и композита Cu-Nb акустическими методами // Материалы 51-й Международной конференции “Актуальные проблемы прочности”. 16-20 мая, 2011 г. г. Харьков, Украина: ННЦ ХФТИ, 2011. – С. 196.
22. **Ватажук Е. Н.** Низкотемпературные релаксационные процессы в наноструктурном цирконии / **Ватажук Е. Н.**, Паль-Валь П. П., Нацик В. Д., Паль-Валь Л. Н., Тихоновский М. А., Великодний А. Н., Хаймович П. А. // Материалы 51-й Международной конференции “Актуальные проблемы прочности”. 16-20 мая 2011 г., г. Харьков, Украина: ННЦ ХФТИ, 2011. – С. 197.
23. **Vatazhuk E. N.** Change of low-temperature relaxation parameters of Bordoni's peak in nanostructured Cu and Cu-Nb // II International Conference for Young Scientist “Low Temperature Physics” (ICYS-LTP-2011, June 6-10, 2011, Kharkiv). Conference programme and Abstract book. – P. 121.
24. Golovin I. S. The effect of annealing on the internal friction of the ECAP-modified ultrafine grained copper / Golovin I. S., Pal-Val P. P., **Vatazhuk E. N.**, Estrin Y. // Proc. 16th International Conference on Internal Friction and Mechanical Spectroscopy. Lausanne, Switzerland, 3-8 July, 2011. – P. 37.
25. Pal-Val P. P. Young's modulus temperature dependences in metals below 20 K after severe plastic deformation and subsequent annealing / Pal-Val P. P., Natsik V. D., Pal-Val L. N., **Vatazhuk E. N.** // Proc. 16th International Conference on Internal Friction and Mechanical Spectroscopy. Lausanne, Switzerland, 3-8 July, 2011. – P. 81.
26. Pal-Val P. P. Data on stability of the ECAP-prepared nanostructured copper from the low-temperature acoustic measurements / Pal-Val P. P., Pal-Val L. N., Natsik V. D., **Vatazhuk E. N.** and Estrin Yu. Z. // Proc. 12th International Symposium on Physics of Materials. Prague, Czech Republic, September 4 - 8, 2011. – P. 63.
27. Pal-Val P. P. Low-temperature dislocation mobility in nanostructured HCP metals studied by the acoustic spectroscopy method / Pal-Val P. P., **Vatazhuk E. N.**, Pal-Val L. N., Moskalenko V. A., Tikhonovsky M. A., Khaimovich P. A. // Материалы 4-ой Международной конференции “Деформация и разрушение материалов и наноматериалов”. Москва, 2011 г. – С. 841-843.
28. **Ватажук Е. Н.** Изменение поведения дислокационной структуры наноструктурного циркония до и после отжига // ІЕФ-2013. Міжнародна конференція молодих учених і аспірантів. Ужгород, 20-23 травня, 2013 р. Програма і тези доповідей. – С. 143.

29. **Vatazhuk E.N.** Low-temperature acoustic properties in nanostructured and annealed Zr samples // IV International Conference for Young Scientist “Low Temperature Physics” (ICYS–LTP–2013, June 3-7, 2013, Kharkiv). Abstracts book. – P. 97.
30. **Нацик В. Д.** Подобие низкотемпературных акустических свойств наноструктурных металлов и стекол / **Нацик В. Д., Ватажук Е. Н.,** Паль-Валь П. П., Паль-Валь Л. Н., Москаленко В. А. // Фізичні явища в твердих тілах. Матеріали XI Міжнародної конференції 3-6 грудня 2013 р./ Під ред. В. С. Криловського, В. П. Пойди. – Харків: ХНУ ім. В. Н. Каразіна, 2013. – С. 90.
31. **Vatazhuk E. N.** Glass-like low-temperature anomalies in the nanostructured Zr and Ti // V International Conference for Young Scientist “Low Temperature Physics” (ICYS–LTP–2014, June 2-6, 2014, Kharkiv). Abstracts book. – P. 127.
32. **Нацик В. Д.** Стекольная «фаза» в наноструктурных металлах / **Нацик В. Д., Ватажук Е. Н.,** Паль-Валь П. П., Паль-Валь Л. Н., Москаленко В. А. // Материалы 55-й Международной конференции “Актуальные проблемы прочности” (9-13 июня 2014 г., Харьков, Украина). Харьков: НИЦ ХФТИ, 2014. – С. 79.
33. **Natsik V. D.** Glass-like Young's modulus behavior in nanostructured metals at liquid helium temperatures / **Natsik V. D, Vatazhuk E. N.,** Pal-Val P. P., Pal-Val L. N., Moskalenko V. A. // Структурна релаксація у твердих тілах. Збірник наукових праць (Відп. ред. Мозговий О. В.). Вінниця: ТОВ «Костюк Н. П.», 2015. – с. 63-64.
34. **Vatazhuk E. N.** The relaxation effects on the low-temperature internal friction in ultrafine grained copper // VI International Conference of Young Scientists “Low Temperature Physics” (ICYS–LTP–2015, June 2-5, 2015, Kharkiv). Abstracts book. – P. 97.
35. **Pal-Val P. P.** Change of parameters of the Koiwa-Hasiguti dynamic relaxation in nanostructured and polycrystalline zirconium after severe plastic deformation and annealing / **Pal-Val P. P., Pal-Val L. N., Rybalko A. P., Vatazhuk E. N.** // XIII Міжнародна конференція «Фізичні явища в твердих тілах» (Україна, Харків, 5-8 грудня 2017 р.). – P. 151.
36. **Vatazhuk E. N.** The Koiwa-Hasiguti dynamic relaxation in nanostructured and polycrystalline zirconium / **Vatazhuk E. N., Pal-Val P. P., Pal-Val L. N., Rybalko A. P.** // IX International Conference for Professionals & Young Scientists “Low Temperature Physics” (ICPYS–LTP–2018, June 4-8, 2018, Kharkiv). Abstracts book. – P. 173.

АНОТАЦІЯ

Ватажук О. М. Акустична спектроскопія низькотемпературних дислокаційних процесів у наноструктурних металах. – Кваліфікаційна наукова праця на правах рукопису.

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, 2019.

Дисертаційна робота присвячена вирішенню важливої задачі в області фізики твердого тіла, а саме отриманню інформації про динамічні пружні та непружні властивості наноструктурних Cu, Cu-Nb, Zr та Ti у широкому інтервалі температур методами акустичної спектроскопії, вивченню їх стабільності під час вилежування при кімнатній температурі та високотемпературного відпалу, а також встановленню мікроскопічних механізмів низькотемпературних акустичних резонансів, що мають дислокаційну природу.

В роботі вперше встановлено, що виявлені в наноструктурній міді й сильно фрагментованому наноструктурному волокнистому композиті Cu-32 об.% Nb піки внутрішнього тертя визначаються низькотемпературною динамікою руху дислокаційних сегментів у первинному й вторинному рельєфах Пайєрлса міді й мідної матриці. Також показано, що виявлений раніше в крупнозернистому відпаленому Zr релаксаційний пік внутрішнього тертя поблизу 250 К зберігається після ПД, але його висота збільшується приблизно в 10 раз, а температура локалізації зсувається в область низьких температур. Крім того, після ПД уперше зареєстрований новий пік внутрішнього тертя в області температур поблизу 80 К. Встановлена недостатня стабільність структур УДЗ і НС зразків, що створюються шляхом застосування різних схем ПД. На температурній залежності модуля Юнга наноструктурних зразків $E^{НС}(T)$ вперше зареєстрована особливість, характерна для низькотемпературних модулів пружності стекло, як наслідок взаємодії акустичних коливань із ДРС, РС і ГО. Висловлена гіпотеза про дислокаційну природу склоподібної підсистеми (або «фази») у НС металах, отриманих методами ПД.

Ключові слова: наноструктурні метали, акустична релаксація, дислокації, пік Бордоні, релаксація Коїви-Хасігуті.

АННОТАЦИЯ

Ватажук Е. Н. Акустическая спектроскопия низкотемпературных дислокационных процессов в наноструктурных металлах. – 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, 2019.

Диссертационная работа посвящена решению важной задачи в области физики твердого тела, а именно получению информации о динамических упругих и неупругих свойствах наноструктурных Cu, Cu-Nb, Zr и Ti в широком интервале температур методами акустической спектроскопии, изучению их стабильности при вылеживании при комнатной температуре и высокотемпературном отжиге, а также

установлению микроскопических механизмов низкотемпературных акустических резонансов, которые имеют дислокационную природу.

В частности, подробно изучены низкотемпературные релаксационные резонансы Бордони в НС меди, медь-ниобиевых композите и в НС цирконии, а также релаксационный резонанс Хасигути в НС цирконии. При изменении состояния от КЗ до НС наблюдаются изменения температуры, ширины и формы пиков акустической релаксации, появление новых пиков, а также изменение абсолютных значений модуля Юнга и качественного поведения температурных зависимостей модулей упругости.

Впервые установлено, что обнаруженные в наноструктурной меди и сильно фрагментированном наноструктурном волокнистом композите Cu-32 об.% Nb пики внутреннего трения определяются низкотемпературной динамикой движения дислокационных сегментов в первичном и вторичном рельефах Пайерлса меди и медной матрицы. Также показано, что обнаруженный ранее в крупнозернистом отожженном Zr релаксационный пик внутреннего трения вблизи 250 К сохраняется после ИПД, но его высота увеличивается примерно в 10 раз, а температура локализации сдвигается в область низких температур. Кроме того, после ИПД впервые зарегистрирован новый пик внутреннего трения в области температур вблизи 80 К. Показано, что они обусловлены разными термоактивированными дислокационными процессами: взаимодействием дислокаций с примесями и образованием пар кинков на дислокациях.

Предложена последовательная и непротиворечивая интерпретация выявленных эффектов, которая основывается на предположениях о термоактивированном характере релаксационных процессов, отвечающих за появление данных пиков, и о наличии статистического разброса значений их активационных параметров. В рамках этих предположений показано, что значительная структурная чувствительность параметров низкотемпературных пиков (высоты, ширины и температуры локализации пиков) может быть интерпретирована как зависимость параметра дисперсии, характеризующей степень статистического разброса значений активационных параметров от внешних факторов (деформации, воздействию термоупругих напряжений, облучения и т.д.).

Установлена недостаточная стабильность структур УМЗ и НС образцов, созданных путем применения различных схем ИПД. На температурной зависимости модуля Юнга наноструктурных образцов $E^{НС}(T)$ впервые зарегистрирована особенность, характерная для низкотемпературных модулей упругости стекол, как следствие взаимодействия акустических колебаний с дислокационными ДУС, РС и ГО. Высказана гипотеза о дислокационной природе стекольной подсистемы (или «фазы») в НС металлах, полученных методами ИПД.

Ключевые слова: наноструктурные металлы, акустическая релаксация, дислокации, пик Бордони, релаксация Коивы-Хасигути.

ABSTRACT

Vatazhuk O. M. Acoustic spectroscopy of low-temperature dislocation processes in nanostructured metals. – Manuscript.

Thesis for the degree of Candidate in Physics and Mathematics, speciality 01.04.07 – Solid State Physics. B. Verkin Institute for Low Temperature Physics and Engineering of the National Academy of Sciences of Ukraine, Kharkiv, 2019.

The thesis is devoted to solving an important problem in the field of solid state physics, namely, obtaining information on dynamic elastic and inelastic properties of nanostructured Cu, Cu-Nb, Zr and Ti in a wide temperature range using acoustic spectroscopy, studying their stability by tracking at room temperature and high-temperature annealing, as well as the establishment of microscopic mechanisms of low-temperature acoustic resonances, which have a dislocation nature.

It was found for the first time that the peaks of internal friction found in nanostructured copper and highly fragmented nanostructured fibrous composite Cu-32% vol. Nb are determined by the low-temperature dynamics of the movement of dislocation segments in the primary and secondary copper and copper matrix Peierls. It is also shown that the relaxation of internal friction near 250 K, detected earlier in the coarse-grained annealed Zr, remains after SPD, but its height increases by about 10 times, and the localization temperature shifts to low temperatures. In addition, after SPD, a new peak of internal friction was registered for the first time in the region of moderately low temperatures near 80 K. The insufficient stability of the structures of the UFG and CG of samples created by applying various SPD schemes was established. The temperature dependence of the Young's modulus of the $E^{NS}(T)$ nanostructured samples revealed a characteristic characteristic of low-temperature elastic moduli of glasses as a result of the interaction of acoustic oscillations with dislocation TLS, RS, and HO. It is hypothesized about the dislocation nature of the glass subsystem (or “phase”) in NS metals obtained by SPD.

Keywords: nanostructured metals, acoustic relaxation, dislocations, the Bordoni peak, the Koiwa-Hasiguti relaxation.

Формат 60x84/16. Ум. друк. арк. 0.9. Тир. 100 прим. Зам. № 042-19.
Підписано до друку 25.01.2019. Папір офсетний.

Надруковано з макету замовника у ФОП Бровін О.В.
61022, м. Харків, вул. Трінклера, 2, корп.1, к.19. Т. (057) 758-01-08, (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