



ВЛИЯНИЕ ВАКАНСИОННО-КЛАСТЕРНЫХ СТРУКТУР НА СВОЙСТВА МЕТАЛЛОВ*

В.И. Новиков, М.Н. Левин, В.Г. Певгов, В.С. Ульянов

Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» лаборатория «ИЭС»
д. 4, Ленинский пр., Москва, 119049, Россия
тел.: +7(495)955-00-32; e-mail: novikov-nanotech@yandex.ru

doi: 10.15518/isjaee.2019.22-27.079-091

Заключение совета рецензентов: 03.09.19 Заключение совета экспертов: 06.09.19 Принято к публикации: 12.09.19

Проведен анализ экспериментальных результатов по влиянию вакансионно-кластерных структур на свойства металлов. Рассмотрены два технологических подхода получения таких структур: компактирование нанопорошков при высоком (до 5 ГПа) гидростатическом прессовании на примере нанопорошка Ni (70 нм) и кристаллизация Al и Pb в условиях высокоинтенсивной пластической деформации [$\epsilon' = (10^2-10^4) \text{сек}^{-1}$] (ВИПД) на границе раздела «твердое – жидкое» в аппарате центробежного литья при скорости вращения ротора до 2 000 об/мин. Обсуждалась физическая модель образования вакансионно-кластерных структур в металлах двумя этими способами. Установлено, что при ВИПД на стадии кристаллизации расплава на фоне высокой стационарной концентрации неравновесных вакансий образуется новый тип элементов структуры – вакансионных кластерных трубок. Проведен сравнительный анализ изменения механических, магнитных и сверхпроводящих свойств структурированных металлов. Определено, что при ВИПД порядка $\epsilon' = (10^2-10^4) \text{сек}^{-1}$ в условиях специально подобранных режимов кристаллизации металла (Al и Pb) в аппаратах высокоскоростного центробежного литья создаются условия для реализации размерного эффекта динамической (сдвиговой) рекристаллизации. Сдвиговая деформация при центробежной кристаллизации вызвана прежде всего большим градиентом температурного поля от периферии (относительно холодной стенки ротора) к расплавленной центральной части ротора. Разность угловых скоростей перемещения части металла, прилегающей к внешней поверхности стенки ротора (уже застывшей), и центральной части (еще в расплавленном состоянии) приводит к высокоинтенсивной деформации [$\epsilon' = (10^2-10^4) \text{сек}^{-1}$] твердой застывшей фазы закристаллизованного расплава металла. Поскольку размеры зерен закристаллизованной фазы в начальный момент составляют порядка десятков нанометров (порядка размера зародыша кристаллизации), возникает возможность для реализации размерного эффекта динамической рекристаллизации «нанокристаллического» затвердевшего металла при высоких скоростях сдвиговой деформации. Образующиеся при этом неравновесные вакансии конденсируются в вакансионные кластеры, которые в поле центробежных сил формируются в виде вакансионных кластерных трубок, вытянутых к центру вращения ротора. Этот процесс протекает в условиях значительно удаленных от равновесных в сравнении с обычной кристаллизацией металла из расплава. Такие процессы могут приводить к образованию высокоупорядоченных неравновесных состояний, характерных для неравновесных открытых систем.

Ключевые слова: вакансионные кластеры; вакансионно-кластерная структура; интенсивная пластическая деформация; динамическая рекристаллизация; неравновесные вакансии; вакансионные кластерные трубки; твердофазная перекристаллизация.

*Новиков В.И., Левин М.Н., Певгов В.Г., Ульянов В.С. Влияние вакансионно-кластерных структур на свойства металлов // Международный научный журнал «Альтернативная энергетика и экология» (ISJAEE), 2019;22-27:79-91.

Ранее на английском языке: Viktor Novikov, Mark Levin, Vyacheslav Pevgov, Viktor Ulyanov. Metals Property Changes Under Effect of Vacancy-Cluster Structures. *International Journal of Materials Science and Applications*, 2019;8(1)1-11; doi: 10.11648/j.ijmsa.20190801.11



VACANCY-CLUSTER STRUCTURES EFFECTING TO METALS PROPERTIES

V.I. Novikov, M.N. Levin, V.G. Pevgov, V.S. Ulyanov

National University of Science and Technology "MISIS"
 Department of Innovation Energy Systems "INESYS"
 4 Leninsky Av., Moscow, 119049, Russia
 tel.: +7 (495) 955 00 32, e-mail: novikov-nanotech@yandex.ru

doi: 10.15518/isjaee.2019.22-27.079-091

Referred 3 September 2019 Received in revised form 6 September 2019 Accepted 12 September 2019

The paper carries out the analysis of the experimental results on the metals property changes under vacancy-cluster structure effects. We have considered two technological approaches of such structures obtaining. The first one is a nanopowders compaction under high (up to 5 GPa) hydrostatic compression, on example of a Ni nanopowder (70 nm). The second one is the Al and Pb crystallization under the high-intensity plastic deformation [$\dot{\epsilon}' = (10^2-10^4) \text{ sec}^{-1}$] (HIPD) conditions on the solid and liquid boundary in the centrifugal casting machine with rotary speed up to 2000 rpm. Using the method of atomic force microscopy, vacancy cluster tubes (VCT) with average diameters of 39 nm for Al and 25 nm for Pb have been detected in the crystallized volume of Al and Pb metals. The paper discusses the physical model of a new substructure formation within the metals in the form of vacancy cluster tubes obtained in the process of HIPD during the process of mass crystallization of Al and Pb and the changes in the mechanical, magnetic, and superconducting properties of the above metals, which followed this process. During Al and Pb crystallization under HIPD range about [$\dot{\epsilon}' = (10^2-10^4) \text{ sec}^{-1}$] with specially selected modes of metals crystallization in high-speed centrifugal casting machine, the special conditions are being created to achieve the dimensional effect of dynamic (shifting) recrystallization. Shifting deformation during centrifugal crystallization caused primarily by a large incline of the temperature field from the periphery (relative to the cold wall of the rotor) to the molten central part of the rotor. The difference in the angular velocities of the already frozen part of the metal (adjacent to the outer surface of the rotor wall) and the central part where the metal still remains in the molten state leads to a high-intensity deformation [$\dot{\epsilon}' = (10^2-10^4) \text{ sec}^{-1}$] of the crystallized metal melt solidified phase. Since the grain sizes at the crystallized phase initially comprise around tens of nanometers (approximately crystal nucleation size), it becomes possible to achieve the dimensional effect of the dynamic re-crystallization of a "nanocrystalline" solidified metal at high shift of strain velocities. The "non-equilibrium vacancies" formed this way condense into vacancy clusters, which are formed in the centrifugal force field in the form of vacancy-shaped cluster tubes stretched out to the center of rotation of the rotor. The process proceeds under conditions far from the equilibrium in comparison with the usual crystallization of the metal from the melt. Such processes can lead to the formation of highly ordered non-equilibrium states characteristic of non-equilibrium open systems.

Keywords: vacancy clusters; vacancy-cluster structure; intense plastic deformation; dynamic recrystallization; non-equilibrium vacancies; vacancy cluster tubes; solid-phase recrystallization.



Виктор Иванович Новиков
 Victor Novikov

Сведения об авторе: канд. техн. наук, руководитель проекта «Металлы и мембраны», лаборатория «Инновационные энергосистемы» (ИЭС) МИСиС.

Образование: МИСиС (1971 г.).

Область научных интересов: нанотехнологии.

Публикации: 150.

h-index 4

Information about the author: Ph.D. in Engineering, Dir. of Metal and Membranes Prj, Innovation Energo-Systems (IES) Lab., MISIS.

Education: Moscow Steel and Alloys Institute (MSAI – "MISIS"), 1971.

Research interests: nanotechnology.

Publications: 150.



Марк Николаевич Левин
Mark Levin

Сведения об авторе: д-р физ.-мат. наук, профессор, зав. лаборатории «Инновационные энергосистемы» (ИЭС) МИСиС.

Образование: Воронежский ГУ (1975 г.).

Область научных интересов: физика полупроводников.

Публикации: 320.

h-index 8

Information about the author: D.Sc. in Physics, Professor, Head of Innovation Energy-Systems (IES) Laboratory, MISIS.

Education: Voronezh State University, 1975.

Research interests: semiconductor physics.

Publications: 320.



Вячеслав Геннадьевич
Певгов
Vjacheslav Pevgov

Сведения об авторе: канд. физ.-мат. наук, руководитель проекта «Альтернативные энергосистемы», лаборатория «Инновационные энергосистемы» (ИЭС) МИСиС.

Образование: МФТИ (1974 г.).

Область научных интересов: нанотехнологии; квантовая радиофизика.

Публикации: 200.

h-index 4

Information about the author: Ph.D. in Physics, Project Manager of Alternative Power Systems, Head of Innovation Energy-Systems (IES) Laboratory, MISIS.

Education: Moscow Institute of Physics and Technology (MIPT).

Research interests: nanotechnology; quantum radiophysics.

Publications: 200.



Виктор Сергеевич Ульянов
Viktor Ulyanov

Сведения об авторе: канд. техн. наук, зам. зав. лабораторией «Инновационные энергосистемы» (ИЭС) МИСиС.

Образование: Университет электросвязи, Токио (2001 г.).

Область научных интересов: интеллектуальные системы управления в мехатронике и робототехнике.

Публикации: 38.

h-index 2

Information about the author: Ph.D. in Control Engineering, Dep. Head of Innovation Energy-Systems Laboratory (IES) in MISIS.

Education: University of Electro-Communications, Japan 2001.

Research interests: robotics & mechatronics intelligent control systems.

Publications: 38.

1. Введение

В последнее время большое внимание уделяется области структурных изменений в металлах под давлением. Особое внимание обращено на дефектообразование в нанодисперсных металлических средах (НМС) при интенсивной пластической деформации. Исследования последних лет установили новый механизм образования вакансионно-кластерной структуры в нанодисперсных металлических средах (НМС) при интенсивной пластической деформации. Такой механизм получил название размерного эффекта самоактивации динамической рекристаллизации нанопорошков [1–6]. Объяснить этот эффект можно с помощью физических идей, выдвинутых С.С. Гореликом [7] и Г. Глейтером [8] в середине 80-х гг. XX века. Ученые предположили, что в процессе миграции границ происходит образование избыточных (неравновесных) ва-

кансий [9, 10], которое в тылу движения границ представляет собой необычный процесс диффузионного перераспределения зернограницной пустоты в объеме зерна. По-видимому, здесь целесообразно говорить о «генерации» неравновесных вакансий (создание дополнительных атомных узлов решетки) кинетического происхождения. В таком случае рождение избыточных вакансий должно сопровождаться эффектом положительной дилатации объема, связанного с образованием дополнительных атомных узлов в решетке металла. Это экспериментально подтверждается исследованием [11].

Впервые показано, что динамическая рекристаллизация в НМС сопровождается значительным возрастанием концентрации неравновесных вакансий. С этих позиций рассматривается возможность твердофазной перекристаллизации в металлах и, соответственно, образование вакансионно-кластерных структур.

Список обозначений	
<i>Буквы греческого алфавита</i>	
ϵ'	Скорость деформации, с^{-1}
σ	Напряжение, МПа
<i>Аббревиатуры</i>	
АТМ	Атомно-силовая микроскопия



ВИПД	Высокоинтенсивная пластическая деформация
ВКТ	Вакансионно-кластерная трубка
ДМА	Динамический механический анализ
ЗГД	Зернограничная дислокация
НМС	Нанодисперсная металлическая среда

2. Теоретический анализ. Образование вакансионно-кластерной структуры в нанодисперсных металлических средах и их свойства

В работах [10, 12] предполагается, что образование неравновесных вакансий в результате движения границ происходит с переползающих ступеней зернограничных дислокаций (ЗГД) по механизму, аналогичному тому, который имеет место при скольжении винтовой дислокации со ступенями [12]. Скорость миграции границ тогда будет определяться скоростью «генерирования» (отвода) точечных дефектов (вакансий) с переползающих ступеней ЗГД. Эффект «генерации» вакансий для систем с размерами зерен (блоков) меньше средней длины диффузионного пробега динамических вакансий может носить специфический характер ускорения (самоактивации) рекристаллизации [1, 4]. Авторами [1, 4] показано, что в течение короткого промежутка времени (порядка нескольких минут) уровень концентрации динамических вакансий в НМС может быть сравним с уровнем концентрации термодинамических вакансий при температурах, близких к температурам плавления. Это находится в хорошем согласии с экспериментом [2–6]. Физическая сущность размерного эффекта самоактивации рекристаллизации состоит в том, что, начиная с некоторого критического размера зерна (рис. 1) [1, 4], динамические вакансии успевают достичь близлежащих границ и вызвать активацию их движения. Подобный процесс носит характер размерного эффекта. Авторами [2] на примере НМС Ni экспериментально показано, что в условиях одноосного прессования происходит кратковременная «генерация» избыточных вакансий до

значений, соответствующих предплавильным температурам (10^{-4}), что приводит к возможности твердофазной перекристаллизации.

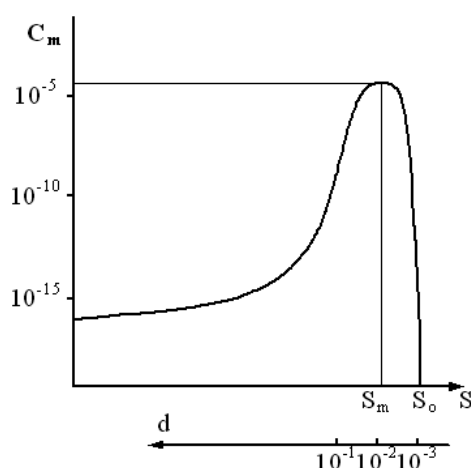
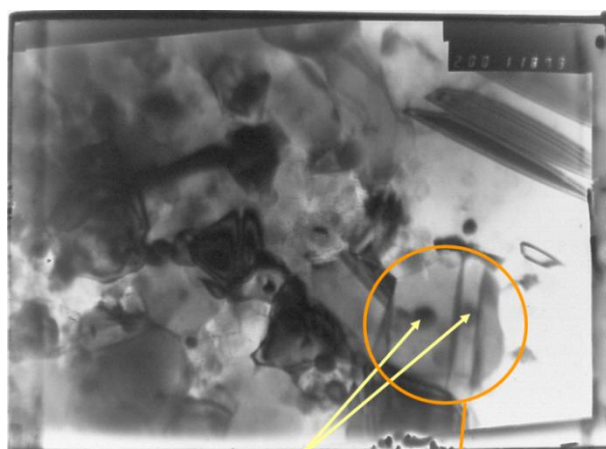


Рис. 1 – Зависимость концентрации неравновесных вакансий C_m от размера зерна d в процессе миграции границ ($S = a/d$)

Fig. 1 – The dependences of the non-equilibrium vacancies concentration C_m on grain size d in the boundary migration process ($S = a/d$)

В этой связи обычное понятие о критическом зарядыше не применимо. По-видимому, следует говорить о механизме образования новых зерен при твердофазной перекристаллизации [2–6]. Одновременно в зоне высокой концентрации избыточных вакансий возникают вакансионные кластерные образования (рис. 2) [13].



Вакансионные кластеры Наночастица Ni

— 50нм

Рис. 2 – Просвечивающая электронная микроскопия с тонкого среза компактного нанопорошкового образца Ni, полученного при давлении 5 ГПа и температуре 900 °С [13]

Fig. 2 – Transmission electron microscopy from a thin slice of Ni nanocrystalline compact sample which made by high hydrostatic compression of a Ni nanopowder (70 nm) at a pressure 5 GPa and a temperature 900 °С [13]

Влияние вакансионно-кластерных структур на механические свойства металлов рассмотрены в работах [14–16], где исследовалась зависимость «напряжение – деформация» (σ – ε) в режиме одноосного сжатия для образцов нанокристаллического

порошка Ni (70 нм) с вакансионными кластерами [13]. На рис. 3 представлены кривые «напряжение – деформация» для никеля с размером зерна 100 мкм (рис. 3а) и нанокристаллического Ni (70 нм) с вакансионными кластерами (рис. 3б).

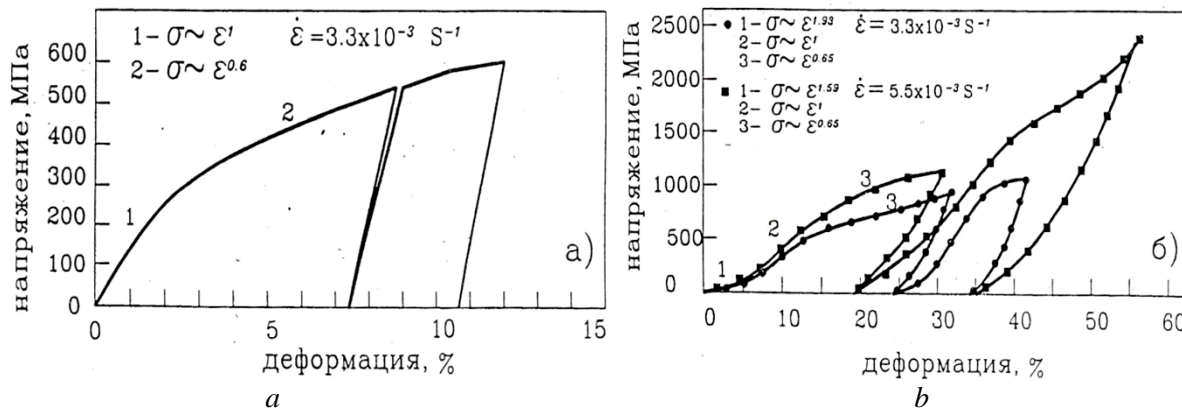


Рис. 3 – График зависимости «напряжение – деформация» (σ – ε) для: а – поликристаллического Ni с размером зерна 100 мкм; б – нанокристаллического Ni (70 нм)
Fig. 3 – Stress-strain inter-dependence (σ – ε) for poly-crystalline nickel with: a – grain size of 100 μ m; b – nano-crystalline nickel (70 nm)

На образцах нанокристаллического Ni (70 нм) наблюдается эффект аномально высокой обратимой деформации после разгрузки образца, величина которого достигает 8 %. Образец никеля обычной дисперсности (100 мкм) показывает традиционную зависимость «напряжение – деформация» (σ – ε) для металлов. Специфической особенностью полученных результатов кривых «напряжение – деформа-

ция» (σ – ε) для Ni (70 нм) является отсутствие эффекта упрочнения при повторном нагружении, который всегда присутствует в случае металлов с микронными размерами зерен (рис. 3а). На рис. 4 представлены кривые «напряжение – деформация» (σ – ε), полученные для нанокристаллического Ni (70 нм) в режиме одноосного сжатия при температуре от 350 °C до 500 °C в вакууме 10^{-2} мм рт. ст.

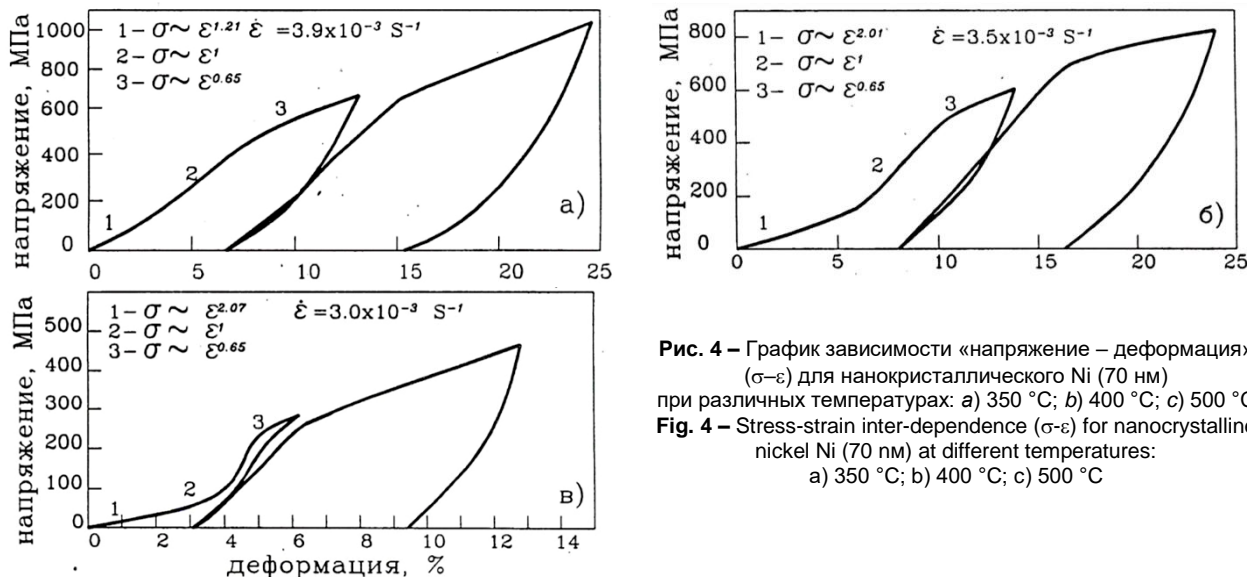


Рис. 4 – График зависимости «напряжение – деформация» (σ – ε) для нанокристаллического Ni (70 нм) при различных температурах: а) 350 °C; б) 400 °C; в) 500 °C
Fig. 4 – Stress-strain inter-dependence (σ – ε) for nanocrystalline nickel Ni (70 nm) at different temperatures: а) 350 °C; б) 400 °C; в) 500 °C

Качественный вид зависимости σ – ε в исследуемом диапазоне температур сохраняется. Количественные изменения заключаются в снижении уровня напряжений по мере повышения температуры. Кро-

ме того, отмечается появление небольшой петли гистерезиса при повторном нагружении, что связано с укрупнением зерен Ni при росте температуры (рекристаллизация) до значений микронных размеров.



Эффект аномально высокой обратимой деформации никеля с вакансионно-кластерной структурой сохраняется. Этот эффект «псевдоупругости» проявляется во всем диапазоне исследованной температуры (20÷500 °С) и достигает 8 % от линейного размера образца при общей деформации образца 55 %. Такие высокие значения деформации без разрушения свидетельствуют о высоком ресурсе пластичности нанокристаллического Ni (70 нм). Для образцов Ni (70 нм) предполагается, что источником внутренних упругих напряжений, с релаксацией которых связан эффект аномально высокой обратимой деформации, служат поля упругих напряжений, обусловленные взаимодействиями этих вакансионных кластеров [13, 14]. Отсутствие эффекта упрочнения при повторном нагружении образцов нанокристаллического Ni (70 нм) свидетельствует в пользу того, что внутризеренная пластическая деформация протекает по механизму диффузионно-вязкого течения без образования дислокационной структуры, что изменяет вид и форму кривой σ - ϵ на начальной стадии деформирования [14–16]. Как показали исследования, в сильнодеформированных НМС отсутствует дислокационная структура [11–13] (см. рис. 2), что находится в хорошем согласии с теоретическими оценками критического размера дислокационной петли (0,5÷1,5 мкм) [12].

Наличие вакансионно-кластерной структуры в Ni (70 нм) существенным образом влияет на его магнитные характеристики. Так, авторами работы [17] установлено заметное снижение точки Кюри на компактных образцах нанокристаллического Ni (рис. 5).

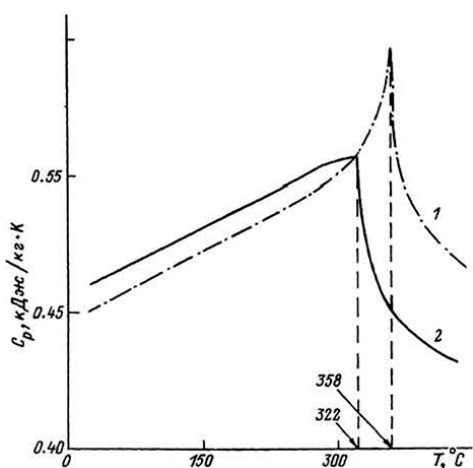


Рис. 5 – График температурной зависимости удельной теплоемкости никеля: 1 – справочные данные; 2 – образец нанокристаллического Ni (70 нм)

Fig. 5 – Temperature inter-dependence of the specific heat of nickel: 1 – reference data; 2 – sample of nanocrystalline Ni (70 nm)

Температурная зависимость теплоемкости исследованного образца Ni (70 нм), так же как стандартная зависимость, имеет аномалию, соответствующую фазовому переходу 2 рода – переходу «ферромагнетик – парамагнетик». По справочным данным, тем-

пература этого перехода для никеля $T_c = 358$ °С. У образца Ni (70 нм) она оказалась существенно ниже – $T_c = 322$ °С. Наблюдаемое некоторое сглаживание аномалии зависимости $C_p(T)$ связано, видимо, с наложением на фазовый переход процесса рекристаллизации, сопровождающегося выделением тепла.

3. Экспериментальная часть. Создание упорядоченной субструктуры вакансионных кластерных трубок при высокоинтенсивной пластической деформации металлов и их свойства

Основываясь на изложенных физических принципах получения кластерных структур металлов методом термомеханической интенсивной пластической деформации (ИПД) авторами [18–20] была поставлена задача реализовать размерный эффект динамической рекристаллизации [1–4] в режиме высокоинтенсивной пластической деформации (ВИПД) в металле в момент его кристаллизации. Для решения этой задачи был создан аппарат центробежного литья новой конструкции. Был сконструирован вертикальный аппарат центробежного литья со скоростью вращения ротора до 2 000 об/мин. Такие высокие скорости вращения ротора позволили создать режим ВИПД в твердой застывшей фазе закристаллизованного металла. Сдвиговая деформация в аппаратах такой конструкции возникает благодаря созданию большого градиента температурного поля от периферии (относительно холодной стенки ротора) к расплавленной центральной части ротора на фоне высокоинтенсивного вращения. Разность угловых скоростей перемещения уже застывшей части металла (прилегающей к внешней поверхности стенки ротора) и центральной части, где металл еще остается в расплавленном состоянии, приводит к высокоинтенсивной деформации [$\epsilon' = (10^2 - 10^4) \text{сек}^{-1}$] твердой застывшей фазы закристаллизованного расплава металла. Поскольку размеры зерен закристаллизованной фазы в начальный момент составляют порядка нескольких десятков нанометров (порядка размера зародыша кристаллизации), появляется возможность для реализации размерного эффекта динамической рекристаллизации [1–4] «нанокристаллического» затвердевшего металла при высоких скоростях сдвиговой деформации.

Эксперименты [18, 20] проводились на алюминии Al и свинце Pb. Масса материала составляла от 50 кг до 200 кг. Кристаллизация расплавов алюминия и свинца с заданной массой производилась при их объемном переохлаждении в нестационарных условиях ВИПД с заданными во времени режимами воздействия поля центробежных сил и температур. На рис. 6–10 представлены результаты структурных исследований полученных металлов. Как видно из представленных данных, в Al и Pb обнаружен новый тип вакансионных структур в форме кластерных трубок (ВКТ) со средними диаметрами для Al 39 нм и для Pb 25 нм. Трубки вытянуты к центру вращения ротора (рис. 6, 8, 9).

Характерные масштабы поверхности определялись с помощью спектра мощности (Фурье анализ) с применением программного обеспечения FemtoScanonlin (рис. 10).



Рис. 10 – Графическое изображение рельефа поверхности образца Al с ВКТ

Fig. 10 – Surface relief of the Al sample with vacancy cluster tubes

Такая форма симметрии ВКТ свидетельствует о том, что их образование происходит в закристаллизованной области образца. Оценка концентрации неравновесных вакансий дает значения порядка 10^{-3} – 10^{-2} . Такая высокая концентрация неравновесных вакансий, как указывалось, приводит к их конденсации в вакансионные кластерные трубки. С другой стороны, такая концентрация создает возможность протекания процесса твердофазной перекристаллизации металла после первичной кристаллизации. Процесс протекает в значительно неравновесных условиях по сравнению с условиями при обычной кристаллизации металла из расплава. Данные процессы могут приводить к образованию высокоупорядоченных неравновесных структур, которые характерны для неравновесных открытых систем (типа диссипативных структур)

Таким образом, авторы настоящей статьи пришли к выводу, что при высокоинтенсивной пластической деформации на стадии кристаллизации расплава на фоне высокой стационарной концентрации неравновесных вакансий происходит образование нового типа элементов структуры – вакансионных кластерных трубок.

Физические процессы при этом интерпретируются следующим образом. Диссипация механиче-

ской энергии на границе перехода «жидкое – твердое» в условиях ВИПД вызывает образование неравновесных вакансий до уровня порядка 10^{-2} [18–20]. Такая высокая концентрация неравновесных вакансий создает возможность для повторной кристаллизации в твердой фазе. При этом одновременно происходит конденсация неравновесных вакансий в поле центробежных сил в вакансионные кластерные трубки. Визуальный анализ упорядоченных структур в виде ВКТ (см. рис. 6–11) приводит к двум основным качественным особенностям новой субструктуры. Первая особенность состоит в том, что толщина стенок ВКТ составляет порядка $1\div 2$ нм. Это соответствует подобию двумерных НМС, свойства которых хорошо изучены [1–6].

Одна из главных особенностей подобных тонкостенных НМС – это отсутствие дислокаций и невозможность их возникновения, как упоминалось в [11–13]. Следовательно, деформационное упрочнение в таких структурах (ВКТ) по дислокационному механизму должно отсутствовать, а пластическая деформация, как уже отмечалось, может протекать только по диффузионно-вязкому механизму. Вторая особенность состоит в том, что при таких малых диаметрах ВКТ порядка нескольких десятков нанометров «лапласовские» растягивающие напряжения в тонких металлических стенках между трубками, как показывают расчеты, могут достигать 500 атм, что должно приводить к увеличению параметра решетки и возникновению обширных упругих напряжений. Эти напряжения можно охарактеризовать как особый вид упрочнения металлов с регулярной упорядоченной ВКТ структурой, что должно прежде всего существенно повлиять на механические свойства металлов. На рис. 11 и 12 представлены результаты механических испытаний на растяжение Pb и Al [21–23].

Как следует из представленных результатов, наблюдались существенные изменения основных механических характеристик структурированных металлов Pb и Al. Так, для Pb предел упругости возрастает на 60 %, а для Al на 30 %, предел прочности при растяжении для Pb увеличивается более чем на 80 %, а для Al на 40 %. При этом относительное удлинение образцов структурированных Pb и Al без разрушения (пластичность) возрастает в 2–3 раза по сравнению с исходными образцами.



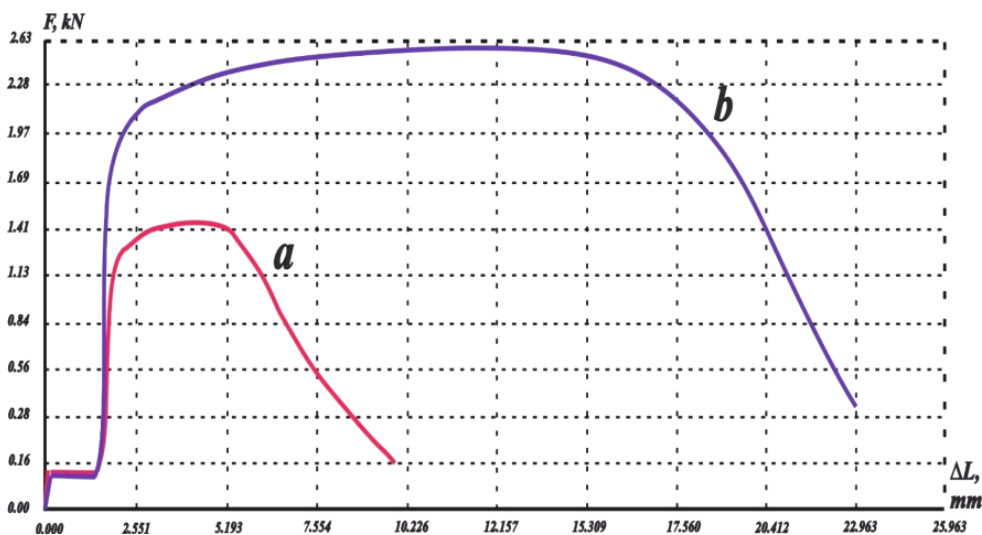


Рис. 11 – График одноосного растяжения Pb: *a* – исходный образец; *b* – структурированный образец
 Fig. 11 – Uniaxial tensile test of Pb: *a* – initial sample; *b* – structured sample

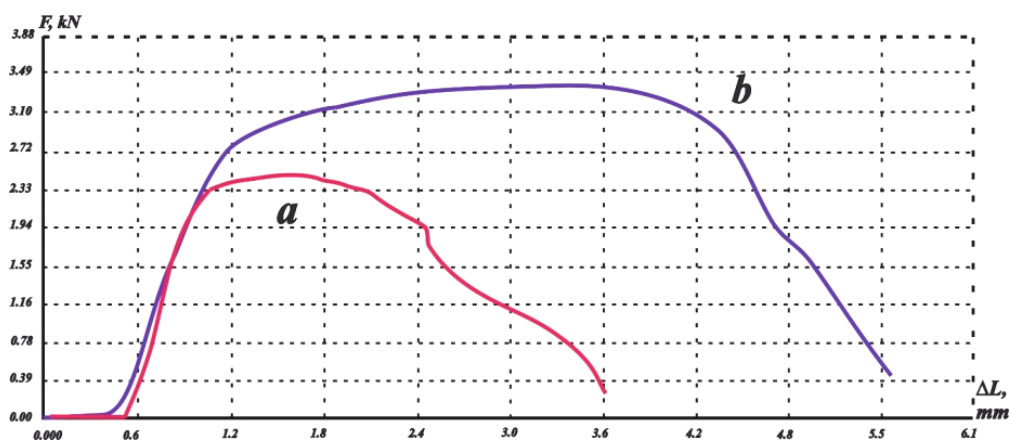


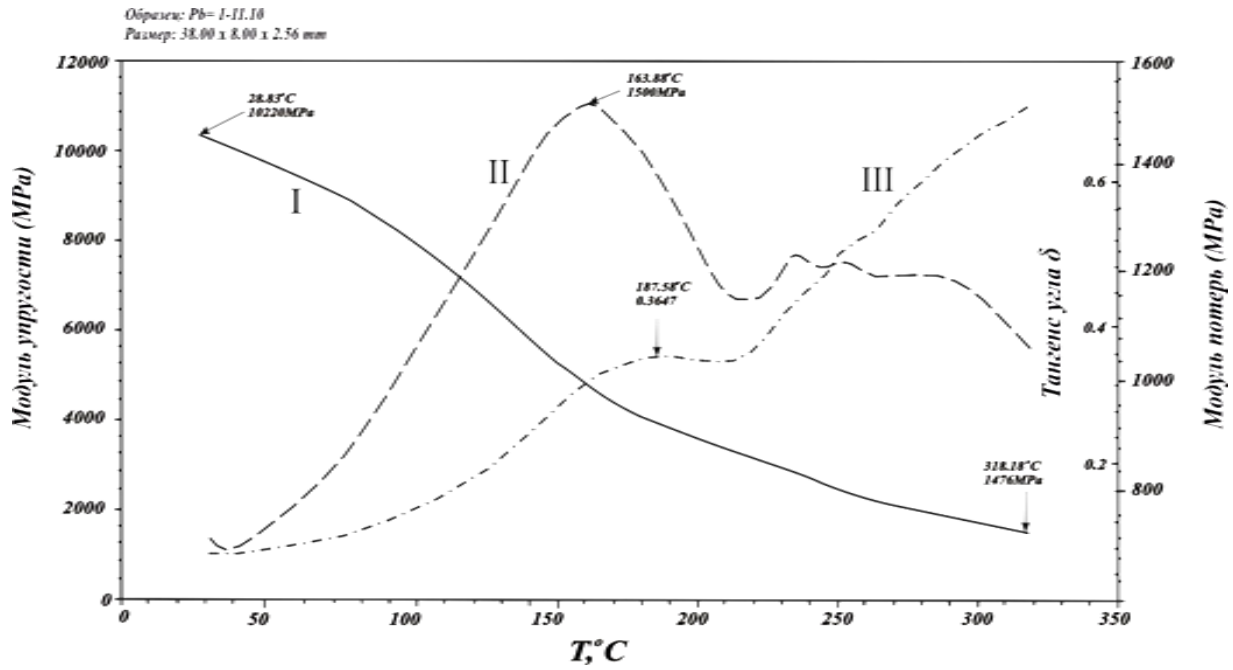
Рис. 12 – График одноосного растяжения: *a* – исходный образец; *b* – структурированный образец
 Fig. 12 – Uniaxial tensile test of Al: *a* – initial sample; *b* – structured sample

На рис. 13 представлены результаты измерения зависимости модуля упругости, модуля потерь и тангенса угла потерь (внутреннее трение) от температуры для образцов Pb, полученных в режиме знакопеременных нагрузок методом динамического механического анализа (ДМА). На структурированном образце модуль упругости в 4,5 раза выше, чем на исходном. При этом в области температуры, близкой к температуре плавления, значение модуля упругости на структурированном образце остается в два раза выше по сравнению с модулем упругости исходного образца при комнатной температуре.

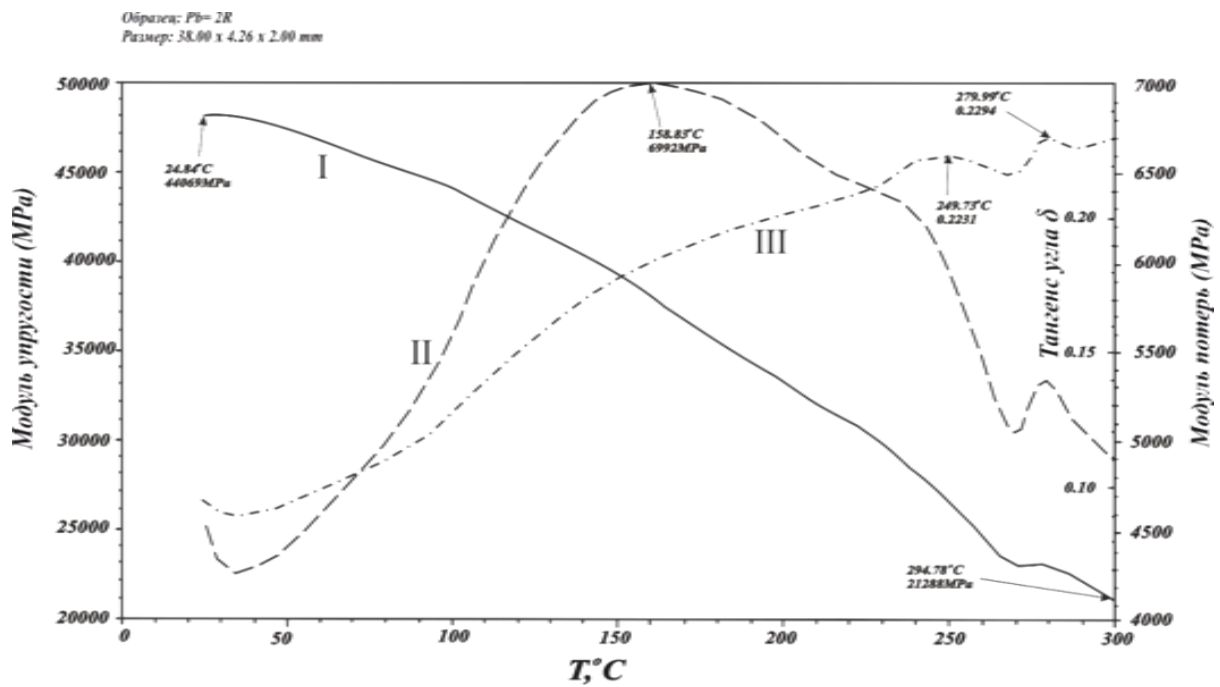
Этот результат является прямым подтверждением того, что ВКТ структура Pb сохраняется вплоть до температуры плавления. Очевидно, что высокотемпературная устойчивость ВКТ структур обусловлена тем, что они возникают при температурах кристалли-

зации металла, и впоследствии при охлаждении такие структуры остаются стабильными. Сопоставление величин модулей потерь свидетельствует о пятикратном возрастании демпфирующей прочности на структурированном Pb. Тангенс угла потерь (внутреннее межатомное трение) на исходном образце Pb более чем в два раза больше, чем на структурированном Pb на всем исследуемом интервале температур (см. рис. 13). Это свидетельствует о том, что в структурированном Pb рассеивание (диссипация) энергии при циклических нагрузках осуществляется преимущественно за счет упругой релаксации. Такие особенности рассеивания энергии при циклических нагрузках придают структурированным металлам уникальные демпфирующие свойства, позволяющие существенно увеличить сопротивление усталостному разрушению и успешно бороться с резонансными явлениями.





a



b

Рис. 13 – График зависимости модуля упругости (I), модуля потерь (II) и тангенса угла потерь (III) Pb от температуры: а – исходный образец; б – структурированный образец

Fig. 13 – Thermal dependency graphs of Pb elasticity modulus (I), loss modulus (II) and loss tangent δ (III): а – initial sample; б – structured sample

На рис. 14 представлены графики зависимости магнитной проницаемости от температуры для образцов стандартного свинца (Pb «исх») с крупнокри-

сталлической структурой и свинца (Pb No.1) после кристаллизации при центробежном литье со скоростью 2 000 об/мин.

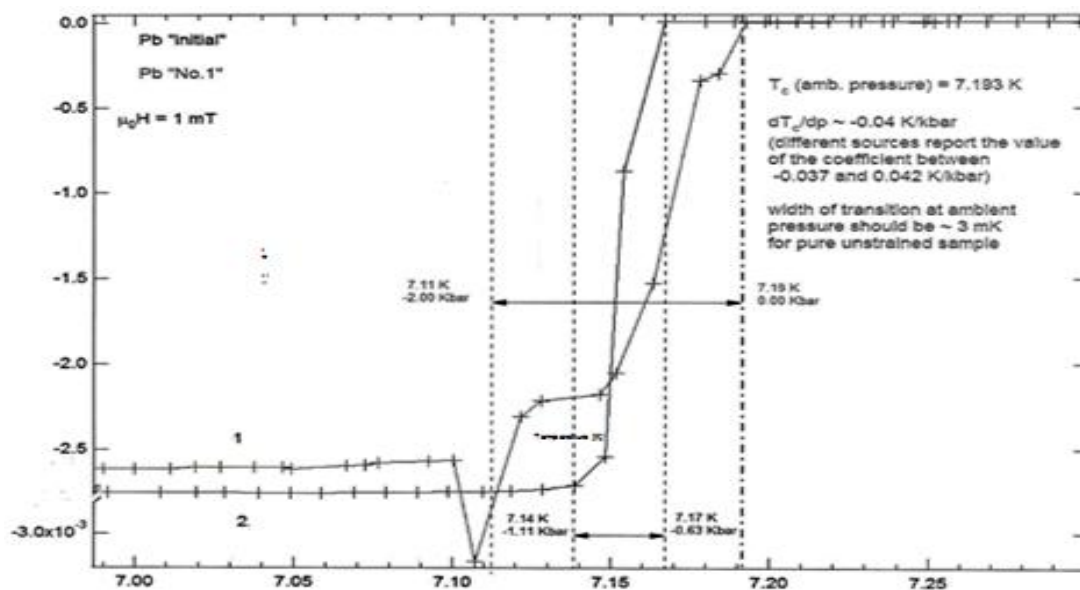


Рис. 14 – График зависимости магнитной проницаемости от температуры при сверхпроводящем переходе для образцов: 1 – структурированный свинец (Pb «No.1»); 2 – стандартный свинец (Pb «Initial»)

Fig. 14 – Comparative studies of the magnetic permeability and temperature during determining the superconducting transition for: 1 – Pb «No.1»; 2 – standard Pb «Initial»

Как следует из полученных результатов, характер перехода в сверхпроводящее состояние образца Pb «No. 1» (верхняя кривая) отличается от образца Pb «Initial». На графике видно, что свинец является классическим примером низкотемпературного сверхпроводника первого рода. Переход в сверхпроводящее состояние образца Pb «No.1» проходит по типу, свойственному сверхпроводникам второго рода. Этот результат является уникальным не только с точки зрения новой технологии кристаллизации металлов при ВИПД, но имеет фундаментальный физический аспект, так как к типичным сверхпроводникам второго рода традиционно относятся материалы, решетки которых состоят из атомов металлов и неметаллов. Таким образом, использование новой технологии ВИПД дает возможность получать из металлов материалы с неметаллическими или смешанными свойствами.

4. Заключение

Проведенные исследования технологии ВИПД выявили возможность получения широкого спектра структурированных металлов с уникальными свойствами. Структурированные металлы перспективны для применения в авиационно-космической отрасли, в транспортных и машиностроительных отраслях, двигателестроении, микро- и радиоэлектронике, энергетике и других высокотехнологичных видах индустрии.

Металлы со структурой ВКТ являются ярким доказательством практической реализации основных положений теории образования диссипативных структур в открытых системах [24]. Полученные ре-

зультаты позволяют говорить о создании собственного научного направления в материаловедении.

Благодарности

Авторы статьи выражают благодарность д-ру техн. наук В.В. Челнокову за предоставленные данные (рис. 11–13).

Acknowledgments

The authors of the article are grateful to D.Sc. V.V. Chelnokov for the data provided (Fig. 11–13).

Список литературы

- [1] Новиков, В.И. Размерный эффект рекристаллизации / В.И. Новиков [и др.] // Поверхность. Физика, химия, механика. – 1986. – № 1. – С. 134–139.
- [2] Новиков, В.И. Образование неравновесных вакансий в ультрадисперсном порошке никеля при пластическом течении под давлением / В.И. Новиков [и др.] // Физика металлов и металловедение. – 1984. – Т. 57. – Вып. 4. – С. 718–721.
- [3] Новиков, В.И. Твердофазные превращения, инициированные мигрирующими границами» Сб. Рост кристаллов, под. ред. Е.Я. Гиваргизов и С.А. Гринберг: Т. 17 / В.И. Новиков, Л.И. Трусов, В.Г. Грязнов. – М.: Наука, 1988. – С. 69–86.
- [4] Трусов, Л.И. Рекристаллизация в ультрадисперсных системах. Физикохимия ультрадисперсных систем / Л.И. Трусов. – М.: Наука. 1987. – С. 67–74.
- [5] Гегузин, Я.Е. Об особенностях рекристаллизации ультрадисперсных порошков при спекании» / Я.Е. Гегузин [и др.] // Физика металлов и металловедение. – 1983. – Т. 55. – Вып. 4. – С. 768–773.



[6] Лаповок, В.Н. Образование неравновесных вакансий при рекристаллизации ультрадисперсного порошка никеля / В.Н. Лаповок [и др.] // ФТТ. – 1983. – Т. 25. – Вып 6. – С. 1846–1848.

[7] Горелик, С.С. Образование вакансий при рекристаллизации / С.С. Горелик, М.С. Блантер // Изв. АН СССР. Металлы. – 1982. – № 2. – С. 90–93.

[8] Глейтер, Г. Большеугловые границы зерен / Г. Глейтер, Б. Чалмерс. – М.: Мир, 1975. – 374 с.

[9] Иевлев, В.М. Тонкие пленки неорганических материалов: механизм роста и структура: учеб. пособие / В.М. Иевлев. – Воронеж: Изд. ВГУ, 2008. – 496с.

[10] Косевич, В.М. Структура межкристаллитных и межфазных границ / В.М. Косевич. – М.: Металлургия, 1980. – 256 с.

[11] Новиков, В.И. и др. Эффект дилатации в ультрадисперсном поликристалле никеля при рекристаллизации / В.И. Новиков [и др.] // Физика твердого тела. – 1986. – Т. 28. – № 4. – С. 1251–1254.

[12] Фридель, Ж. Дислокация / Ж. Фридель. – М.: Мир, 1967. – 643 с.

[13] Новиков, В.И. Торможение рекристаллизации ультрадисперсного порошка Ni при высоком гидростатическом давлении / В.И. Новиков [и др.] // Металлофизика. – 1986. – Т. 8. – Вып. 2. – С. 111–113.

[14] Трусов, Л.И. Деформация Ni с ультрадисперсной структурой / Л.И. Трусов [и др.] // Металлофизика. – 1988. – Т. 10. – № 1. – С. 104–107.

[15] Trusov, L.I. Low temperature stress relaxation of nanocrystalline nickel / L.I. Trusov [et al.] // Journal of Materials Science. – 1995. – Vol. 30. – No. 11. – P. 2956–2961.

[16] Trusov, L.I. Stress relaxation following heating of nanocrystalline nickel / L.I. Trusov [et al.] // Nanostructured Materials. – 1994. – Vol. 4. – No 7. – P. 803–813.

[17] Валиев, Р.З. Температура Кюри и намагниченность насыщения никеля с субзернистой структурой / Р.З. Валиев [и др.] // Письма ЖТФ. – 1989. – Т. 15. – Вып. 1. – С. 78–81.

[18] Тарасов, Ю.И. Разработка новых структурированных материалов для авиационно-космической промышленности / Ю.И. Тарасов [и др.] // Сб. научн. ст. по материалам V Международной науч.-практ. конф. «Академические Жуковские чтения» (22–23 ноября 2017 г.). – Воронеж: ВУНЦ ВВС «ВВА», 2018. – С. 255–257.

[19] Тарасов, Ю.И. Особенности структурирования при массовой кристаллизации расплавов Al и Pb в условиях высокоинтенсивной пластической деформации при центрифугировании / Ю.И. Тарасов, В.В. Крячко, В.И. Новиков // Конденсированные среды и межфазные границы. – 2018. – Т. 20. – № 1. – С. 125–134.

[20] Tarasov, Yu.I. Peculiarities of structuring during the process of mass crystallization of Al and Pb melts under conditions of high-intensity plastic deformation during centrifugation / Yu.I. Tarasov, V.V. Kryachko, V.I. Novikov // Book of abstract of the XIV International Con-

ference on Nanostructured Materials (NANO 2018) 24–29 June, 2018, «City University of Hong Kong». – P. 57.

[21] Novikov, V.I. Peculiarities of structuring during the process of mass crystallization of Al, Pb, Zn melts under conditions of high-intensity plastic deformation (HIPD) during centrifugation / V.I. Novikov // 2018 Russia Advanced Technology Transfer Matchmaking Conference and ACCICB International ST Project Meeting. Sep. 25, 2018. Beijing. – P. 12–15.

[22] Новиков, В.И. К физической модели образования вакансионных кластерных трубок и изменений свойств металлов при центробежном динамическом литье / В.И. Новиков [и др.] // Международный научный журнал «Альтернативная энергетика и экология» (ISJAEE). – 2016. – № 15–18. – С. 96–103.

[23] Tarasov, Yu. The Vacancy Cluster Tubes Formation and Metal Properties Changes After Dynamic Centrifugal Casting // Yu.I. Tarasov, V.V. Kryachko, V.I. Novikov // American Journal of Modern Physics. – 2018. – Vol. 7. – No. 6. – P. 194–202.

[24] Хакен, Г. Синергетика: Иерархии неустойчивостей в самоорганизующихся системах и устройствах / Г. Хакен. – М.: Мир, 1985. – 419 с.

References

[1] Novikov V.I., Trusov L.I., Gryaznov V.G. Dimensional effect of recrystallization. Surface (Razmernyy effect rekristallizatsii). *Physics, chemistry, mechanics*, 1986;(1):134–139 (in Russ.).

[2] Novikov V.I., Lapovok V.N., Svirida S.V. Formation of nonequilibrium vacancies in ultrafine Nickel powder under plastic flow under pressure (Образование неравновесных вакансий в ультрадисперсном порошке никеля при пластическом течении под давлением). *Physics of metals and metallurgy*, 1984;57(4):718–722 (in Russ.).

[3] Novikov V.I., Trusov L.I., Gryaznov V.G. Solid-phase transformations, initiated by the migrating boundaries (Tverdogaznye prevrasheniya, initsirovannye migriruyshimi granicami): Vol. 17. Sat. The growth of crystals. Ed. Givargizov E.I. and Greenberg S.A. Moscow: Science Publ., 1988; pp. 69–86 (in Russ.).

[4] Trusov L.I., Novikov V.I., Lopukhov Y.A., Lapovok V.N. Recrystallization in ultrafine systems (Rekristallizatsiya v ultradispersnykh sistemah). *Physicochemistry of ultradispersed systems*. Moscow: Science Publ., 1987; pp. 67–74 (in Russ.).

[5] Geguzin J.E., Paritskaya L.N., Bogdanov V.V., Novikov V.I. The features of recrystallization of ultrafine powder during sintering (Ob osobennostyah rekristallizatsii ultradispersnykh poroshkov pri spekanii). *Physics of metals and metallurgy*, 1983;55(4):768–773 (in Russ.).

[6] Lapovok V.N., Novikov V.I., Svirida S.V. Formation of nonequilibrium vacancies during recrystallization of ultrafine powder of Nickel (Образование неравновесных вакансий при рекристаллизации ультрадисперсного порошка никеля). *Solid State Physics*, 1983;25(6):1846–1848 (in Russ.).



[7] Gorelik S.S., Blanter M.S. Formation of vacancies at recrystallization (Образование вакансий при рекристаллизации). *Izv. USSR Academy of Sciences. Metals*, 1982;(2):90–93 (in Russ.).

[8] Gleiter G., Chalmers B. Large-angle grain boundaries (Bolsheugloviye granici zeren). Moscow: Mir Publ., 1975; p. 374 (in Russ.).

[9] Ievlev V.M. Thin films of inorganic materials: growth mechanism and structure: studies (Tonkie plenki neorganicheskikh materialov: uchebnoe posobie). Benefit. Voronezh: VSU Publ., 2008; p. 496 (in Russ.).

[10] Kosevich W.M., Ievlev V.M., Palatnik L.S., Fedorenko A.I. Structure of intergranular and interphase boundaries (Struktura mezhkristallitnih i mezhfaznih granits). Moscow: Metallurgy Publ., 1980; p. 256 (in Russ.).

[11] Novikov V.I., Ganelin V.Ya., Trusov L.I. The effect of dilatation in the ultrafine crystal recrystallization in nickel (Effekt dilatatsii v ultradispersnom polikristalle nikelya). *Solid State Physics*, 1986;28(4):1251–1254 (in Russ.).

[12] Friedel J. Dislocations (Dislokatsiya). Moscow: Mir Publ., 1967; p. 643 (in Russ.).

[13] Novikov V.I., Ganelin V.Ya., Trusov L.I. Inhibition of recrystallization of ultrafine Ni powder under high hydrostatic pressure (Tormozhenie rekristallizatsii ultradispersnogo poroshka Ni pri visokom gidrastaticheskom davlenii). *Physics of metals*, 1986;8(2):111–113 (in Russ.).

[14] Trusov L.I., Novikov V.I., Repin I.A., Kazilin E.E., Ganelin V.Ya. Deformation of Ni ultrafine structure (Deformatsiya Ni s ultradispersnoi strukturoi). *Physics of metals*, 1988;10(1):104–107 (in Russ.).

[15] Trusov L.I., Khvostantseva T.P., Solov'ev V.A., Mel'nikova V.A. Low temperature stress relaxation of nanocrystalline nickel. *Journal of Materials Science*, 1995;30(11):2956–2961.

[16] Trusov L.I., Khvostantseva T.P., Solov'ev V.A., Mel'nikova V.A. Stress relaxation following heating of nanocrystalline nickel. *Nanostructured Materials*, 1994;4(7):803–813.

[17] Valiev R.Z., Mulikov Z.Z., Mulikov H.Y., Novikov V.I., Trusov L.I. Curie temperature and saturation magnetization of Nickel with subgrain structure (Temperatura Kurii namagnichennost nasischeniya nikelya s subzernistoy strukturoi). *Technical physics letters*, 1989;15(1):78–81 (in Russ.).

[18] Tarasov Y.I., Kryachko V.V., Novikov V.I. Development of new structured materials for aerospace industry (Razrabotka novih strukturirovannih materialov dlya aviatsionno-kosmicheskoy promishlennosti). *Sat. scientific. article on the materials of the V International scientific.-prakt. Conf. "Academic Zhukovsky Reading"*, 22–23 Nov 2017. Voronezh: VUNTS VVS "VVA", 2018; pp. 255–257 (in Russ.).

[19] Tarasov Y.I., Kryachko V.V., Novikov V.I. Structuring Features at mass crystallization of melts Al and Pb under conditions of high-intensity plastic deformation during centrifugation (Osobennosti strukturirovaniya pri massovoy kristallizatsii rasplavov Al i Pb v usloviyah visokointensivnoy plasticheskoy deformatsii pri tsentrifugirovanii). *Condensed matter and interphase boundaries*, 2018;20(1):125–134 (in Russ.).

[20] Tarasov Y.I., Kryachko V.V., Novikov V.I. Peculiarities of structuring during the process of mass crystallization of Al and Pb melts under conditions of high-intensity plastic deformation during centrifugation. Book of abstract of the XIV International Conference on Nanostructured Materials (NANO 2018) 24–29 June, 2018. "City University of Hong Kong", 2018; p. 57.

[21] Novikov V.I. Peculiarities of structuring during the process of mass crystallization of Al, Pb, Zn melts under conditions of high-intensity plastic deformation (HIPD) during centrifugation. *2018 Russia Advanced Technology Transfer Matchmaking Conference and AC-CICB International ST Project Meeting*. Sep. 25, 2018. Beijing; pp. 12–15.

[22] Novikov V.I., Spitsyn B.V., Soloviev E.M. The physical model of the formation of vacancy cluster of tubes and change the properties of metals at dynamic centrifugal casting (K fizicheskoi modeli obrazovaniya vakantsionnih klasternih trubok ii izmenenie svoystv metallorov pri tsentrobeznom dinamicheskom lit'e). *International Scientific Journal for Alternative Energy and Ecology (ISJAE)*, 2016;(15–18):96–103 (in Russ.).

[23] Tarasov Y.I., Kryachko V.V., Novikov V.I. The vacancy cluster tubes formation and metal properties changes after dynamic centrifugal casting. *American Journal of Modern Physics*, 2018;7(6):194–202.

[24] Haken G. Synergetics: Hierarchies of instabilities in selforganizing systems and devices (Ierarhii neustoychivostey v samoorganizuyuschih sistemah i ustroystvah). Moscow: Mir Publ., 1985; p. 419.

Транслитерация по BSI

