

PACS: 61.16.Fk, 81.40.Vw, 68.55.Ln

В.А. Ивченко¹, Б.М. Эфрос², А.Н. Ульянов², Н.Б. Эфрос²,
В.С. Тютенко², В.Н. Варюхин²

АТОМНАЯ СТРУКТУРА И ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА НИКЕЛЯ ПОСЛЕ ПАКЕТНОЙ ГИДРОЭКСТРУЗИИ

¹Институт электрофизики УрО РАН, Екатеринбург, Россия

²Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина

Статья поступила в редакцию 14 июня 2017 года

Исследовано влияние пакетной гидроэкструзии на атомную структуру и физико-механические свойства никеля. Методом полевой ионной микроскопии (ПИМ) проведены прямые наблюдения атомной структуры никеля (с размером зерен $d \approx 80$ нм), деформированного методом пакетной гидроэкструзии до степени деформации $e \approx 12$.

Ключевые слова: нанокристаллический никель, пакетная гидроэкструзия, полевая ионная микроскопия, физико-механические свойства

Введение

Метод полевой ионной микроскопии позволяет в атомном масштабе проводить прямое прецизионное наблюдение дефектов кристаллической решетки металлического материала на атомно-чистой поверхности, возникших в результате интенсивных внешних воздействий, в частности большой пластической деформации. В то же время метод дает возможность анализировать объект исследования в объеме путем контролируемого последовательного удаления поверхностных атомов электрическим полем.

Полученные с помощью метода ПИМ результаты изучения атомной структуры металлических материалов, подвергнутых интенсивной пластической деформации (ИПД), позволяют исследовать особенности формирования нанокристаллической субструктуры в объеме деформированных кристаллитов и показать, что природа нанокристаллического строения определяет в конечном счете физико-механические свойства металлических материалов.

Материал и методы исследования

Объектом исследования служил поликристаллический никель Ni 99.97%. Выбор его обусловлен возможностью определения плотности дислокаций с

более высокой точностью методом резистометрии при больших степенях деформации [1]. В качестве ИПД под давлением использовали метод пакетной гидроэкструзии при комнатной температуре [2].

Исследование влияния размера кристаллитов на структуру и свойства Ni проводили методом одностадийной пакетной гидроэкструзии при $\Delta\epsilon \sim 0\text{--}60\%$. Для получения образцов с различными размерами зерен ($d \approx 50\text{--}5 \mu\text{m}$) прутки Ni с исходным диаметром 6 mm после предварительной пакетной гидроэкструзии отжигали в интервале температур 450–1000°C.

Для формирования нанокристаллической структуры в Ni с исходным размером кристаллита $d \approx 8 \mu\text{m}$ использовали метод многостадийной пакетной гидроэкструзии с максимальной логарифмической деформацией $e \approx 12$.

Структуру и свойства образцов никеля изучали методами оптической, просвечивающей электронной, полевой ионной микроскопии, резисто-, магнито- и дюриметрии [3]. Измерения намагниченности проводили на вибрационном магнитометре Quantum Design PPMS-9.

Степень деформационного упрочнения определяли по замерам твердости методом Виккерса с нагрузкой 0.98 N.

Результаты исследования и их обсуждение

Исследовано влияние пакетной гидроэкструзии на атомную структуру и физико-механические свойства никеля. Методом ПИМ проведены прямые наблюдения атомной структуры никеля (с размером зерен $d = 80 \text{ nm}$), деформированного до $e \approx 12$. ПИМ позволяет в атомном масштабе проводить прямое прецизионное наблюдение дефектов кристаллической решетки материала на атомно-чистой поверхности, возникших в результате интенсивных внешних воздействий, в частности пластической деформации. В то же время метод дает возможность анализировать объект исследования в объеме путем контролируемого последовательного удаления поверхностных атомов электрическим полем.

В результате с помощью ПИМ обнаружена блочная нанокристаллическая структура (с размерами блоков от 1.0 до 10.0 nm) в объеме кристаллитов никеля, подвергнутого ИПД методом пакетной гидроэкструзии.

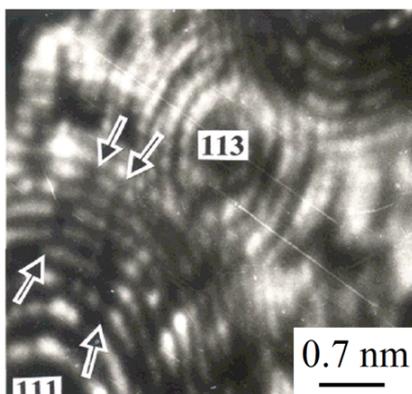


Рис. 1. Полевое ионное изображение поверхности нанокристаллического никеля после ИПД методом пакетной гидроэкструзии ($e \approx 12$). Стрелками показаны границы нанокристаллических блоков

В ходе изучения объема образца посредством контролируемого последовательного испарения атомных слоев в структуре деформированного никеля были зафиксированы границы нанокристаллических блоков. При этом размеры обнаруженных блоков (от 1 до 10 nm) оценивали как на поверхности ионной микрокартины нанокристаллического никеля, так и в процессе удаления одного атомного слоя за другим (рис. 1). Размеры блоков определяли на основании расчета радиусов кривизны вершины эмиттера и соответствующих линейных расстояний [3].

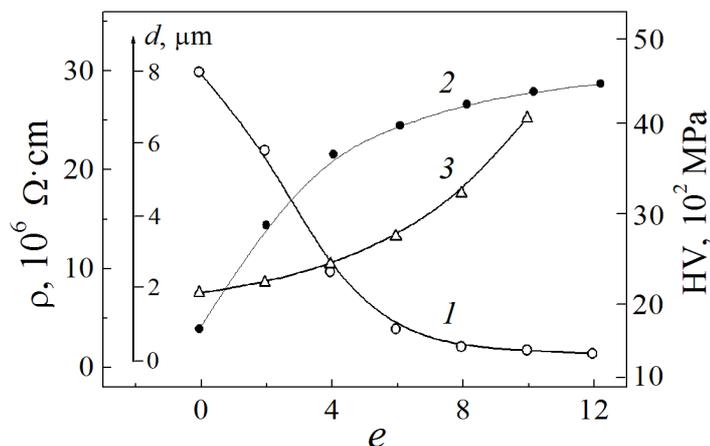


Рис. 2. Зависимости размера зерна d (1), степени деформационного наклепа HV (2) и удельного электросопротивления ρ (3) от степени логарифмической деформации e при многостадийном маршруте пакетной гидроэкструзии никеля

Проведенный анализ показал, что тела блоков представляют собой совершенные нанокристаллиты, которые практически не разориентированы друг относительно друга. В процессе изучения атомной структуры нанокристаллического никеля на границах раздела блоков наблюдали выходы отдельных дислокаций, что указывает на дислокационную природу границ наноблоков. Ширина граничной области наноблоков составляла величину, соизмеримую с межатомным расстоянием.

Предполагается, что именно обнаруженное формирование наноблоков в никеле при больших ($e \approx 12$) степенях деформации повышает деформационное упрочнение в ~ 3 раза ($H_{\mu} \approx 4.0\text{--}4.5 \text{ GPa}$) по сравнению с исходным состоянием (рис. 2). Данная структура характеризуется высокой термической стабильностью [4]. Показано, что размер блоков и степень деформационного упрочнения остаются стабильными при нагреве вплоть до 400°C (рис. 3).

Измеренные в работе полевые зависимости удельной намагниченности никеля (рис. 4), подвергнутого пакетной гидроэкструзии до $e \approx 12$, а также исходного образца показывают, что формирование блочной наноструктуры сопровождается изменением магнитного состояния материала. В результате ИПД величина коэрцитивной силы растет, а ширина перехода в намагниченное состояние уменьшается.

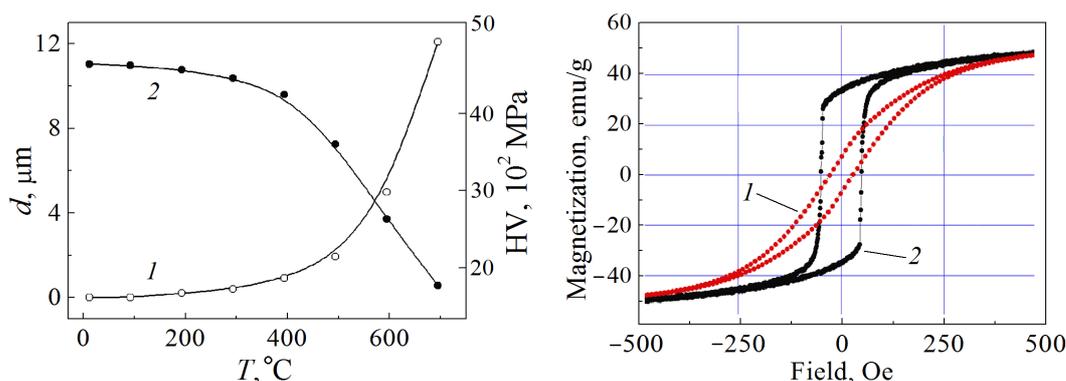


Рис. 3. Зависимости размера зерна d (1) и степени деформационного наклепа HV (2) от температуры отпуска после многостадийного маршрута пакетной гидроэкструзии никеля со степенью логарифмической деформации $e \approx 12$

Рис. 4. Полевые зависимости удельной намагниченности никеля (измерения проведены в продольном поле): 1 – исходное состояние, 2 – после пакетной гидроэкструзии ($e \approx 12$); $H = 2.0 \text{ kOe}$

Выводы

Результаты, полученные с помощью метода ПИМ при исследовании атомной структуры и свойств никеля, подвергнутого ИПД методом пакетной гидроэкструзии, позволили:

1) впервые установить не известные ранее особенности формирования нанокристаллической субструктуры в объеме деформированных кристаллитов;

2) показать, что природа нанокристаллического строения определяет в конечном счете физико-механические свойства металлических материалов.

1. С.Г. Сынков, В.Г. Сынков, А.Н. Сапронов, ФТВД **6**, № 2, 141 (1996).
2. Б.М. Эфрос, С.Г. Сынков, Е.В. Попова, Т.П. Заика, Л.В. Лоладзе, В.Г. Сынков, В.А. Ивченко, В.Н. Варюхин, ФТВД **12**, № 2, 27 (2002).
3. В.А. Ивченко, Б.М. Эфрос, Н.Б. Эфрос, ФТВД **13**, № 3, 109 (2003).
4. V. Varyukhin, B. Efros, V. Ivchenko, N. Efros, Rev. Adv. Mater. Sci. **10**, 422 (2005).

V.A. Ivchenko, B.M. Efros, A.N. Ul'yanov, N.B. Efros, V.S. Tyutenko, V.N. Varyukhin

ATOMIC STRUCTURE AND PHYSICAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF NICKEL AFTER STACK HYDROEXTRUSION

The effect of stack hydroextrusion on the atomic structure and physical and mechanical properties of nickel is studied. Direct observations of the atomic structure of nickel are performed by field ion microscopy (FIM). Nickel samples characterized by the grain size $d \approx 80 \text{ nm}$ were deformed by stack hydroextrusion up to the strain degree $e \approx 12$.

Keywords: nanocrystal nickel, stack hydroextrusion, field ion microscopy, physical and mechanical properties

Fig. 1. Field ion image of the surface of nanocrystal nickel after SPD by stack hydroextrusion ($e \approx 12$). The arrows mark the boundaries of nanocrystal blocks

Fig. 2. Grain size d (1), work-hardening index HV (2) and electric resistivity ρ (3) vs the degree of logarithmic strain e at a multi-stage route of stack hydroextrusion of nickel

Fig. 3. Tempering temperature dependence of grain size d (1) and work-hardening index HV (2) after a multi-stage route of stack hydroextrusion; the logarithmic strain is $e \approx 12$

Fig. 4. Field dependences of specific magnetization of nickel measured in longitudinal field: 1 – the original state, 2 – after stack hydroextrusion ($e \approx 12$); $H = 2.0$ kOe