На правах рукописи

Панин Алексей Викторович

МАСШТАБНЫЕ УРОВНИ ДЕФОРМАЦИИ В ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЯХ НАГРУЖЕННЫХ ТВЕРДЫХ ТЕЛ И ТОНКИХ ПЛЕНКАХ

01.04.07 – Физика конденсированного состояния

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание ученой степени
доктора физико-математических наук

Томск – 2006

Работа выполнена в Институте физики прочности и материаловедения СО РАН

Официальные оппоненты: доктор физико-математических наук,
профессор Тюменцев А.Н.

доктор технических наук,
профессор Терентьев В.Ф.

доктор физико-математических наук,
Бондарь М.П.

Ведущая организация: Московский Инженерно - Физический Институт (Государственный университет), г. Москва

Защита состоится “ 16 ” февраля 2006 г. в 14^{30} часов на заседании диссертационного совета Д212.267.07 при Томском государственном университете по адресу: 634050, г. Томск, пр. Ленина, 36.

С диссертацией можно ознакомиться в научной библиотеке Томского государственного университета.

Автореферат разослан “ 13 ” января 2006 г.

Ученый секретарь диссертационного совета,
доктор физико-математических наук,
старший научный сотрудник И.В. Ивонин

Общая характеристика работы

Актуальность темы

Более 20 лет назад была сформулирована концепция структурных уровней деформации твердых тел, которая стала рассматриваться как новая парадигма на стыке физики и механики деформируемого твердого тела. Структурные уровни деформации относятся к мезомасштабным уровням. Методология их иерархического самосогласования качественно отличается от одноуровневого подхода механики сплошной среды и теории дислокаций. Новый подход дал возможность вскрыть общие закономерности поведения деформируемых твердых тел как иерархических систем, позволил использовать синергетические принципы при объяснении явлений самосогласования пластического течения на различных структурных уровнях. Это привело к необходимости построения многоуровневой механики деформируемого твердого тела, которая получила название “физической мезомеханики” [1,2].

Согласно принципам физической мезомеханики [3], пластическое формоизменение нагруженного твердого тела осуществляется путем локальных структурных превращений, зарождающихся в зонах концентраторов внутренних напряжений и распространяющихся в полях их градиентов. Для поддержания квазиоднородного пластического течения вплоть до разрушения необходимо непрерывно создавать в объеме образца концентраторы напряжений различного масштаба. Центральную роль в создании таких распределенных концентраторов напряжений в нагруженном образце играют поверхностные слои и внутренние границы раздела. Они являются сугубо нелинейными системами, и описание их поведения требует новых подходов в традиционной теории дислокаций, в основе которой лежит трансляционная инвариантность равновесной кристаллической решетки.

Первыми классическими исследованиями влияния поверхностных слоев твердых тел на их механические свойства являются широко известные работы акад. А.Ф. Иоффе, выполненные в двадцатых годах прошлого столетия. К настоящему времени накоплен большой объем экспериментальных данных, касающихся влияния состояния поверхности на физико-механические свойства металлических материалов. Обзору этих исследований посвящены работы [4-9 и др.]. Было показано, что поверхностный слой, будучи ослабленным по своей природе, вовлекается в процесс пластического течения раньше, чем объем материала. В результате поверхностный слой испытывает более высокие степени деформации, чем в среднем по образцу. Однако единого мнения о механизме влияния поверхностного слоя на макромеханические характеристики материала до сих пор нет. С одной стороны, с более высокой плотностью дислокаций в поверхностном слое связывается усиление его барьерной роли для выхода дислокаций на поверхность. Подобный барьерный слой должен оказывать существенное влияние на предел текучести, характер кривой “напряжение –деформация” и различные стадии деформационного упрочнения (коэффициент деформационного упрочнения и длительность отдельных стадий) и, следовательно, на прочность и пластичность материала. Глубина такого приповерхностного слоя варьируется у разных исследователей от среднего размера зерна [8] до 60…100 мкм [4]. С другой стороны, сопряжение более деформированного поверхностного слоя с основным объемом материала приводит к гофрированию поверхностного слоя [3]. В складках поверхностного слоя локализуется сильно выраженная кривизна кристаллической решетки, обусловливающая возникновение концентраторов напряжений различного масштаба. Поэтому поверхностный слой в нагруженном твердом теле подобен “насосу”, который непрерывно закачивает деформационные дефекты в объем материала. Это существенно влияет на стадийность кривой “напряжение - деформация”, общий уровень пластичности и прочности материала. С позиций физической мезомеханики роль поверхностного слоя в механическом поведении нагруженных образцов должна рассматриваться на основе многоуровневого подхода в рамках схемы самосогласованного поведения “поверхностный слой – подложка (основной объем материала)”.

Учитывая, что на дислокационном (микромасштабном) уровне механизм влияния поверхностного слоя на макромеханические характеристики материала достаточно хорошо изучен, в представленной работе большое внимание уделено исследованию данной проблемы на мезо- и макромасштабных уровнях. В этом плане автономный характер пластического течения поверхностного слоя в рамках концепции деформируемого твердого тела как многоуровневой системы наиболее наглядно проявляется в наноструктурных материалах. Создание неравновесной высокодефектной субструктуры блокирует дислокационную деформацию на микромасштабном уровне, так как необходимые для этого микроконцентраторы напряжений эффективно релаксируют в сдвигонеустойчивой прослойке дефектной фазы. В результате в процесс деформации таких материалов включаются механизмы более высокого масштабного уровня, и значительный вклад вносит распространение в поверхностных слоях мезо- и макрополос локализованной деформации. В этих условиях легче выявить самосогласованное поведение поверхностных слоев, вскрыть механизм подобного самосогласования и предложить относительно простую физическую модель пластической деформации двухуровневой системы “поверхностный слой – подложка (основной объем материала)”.

Настоящая работа посвящена изучению масштабных уровней деформации поверхностных слоев материалов, имеющих наноструктуру во всем объеме или только в поверхностных слоях, а также напыленных тонких пленок, в полях внешних воздействий. Актуальность представляемой работы дополнительно усиливается востребованностью подобных исследований для многочисленных приложений: наноструктурирование как новый перспективный метод упрочнения, управление макромеханическими характеристиками материалов через изменение состояния их поверхностных слоев, деградация тонких пленок и многослойных материалов во внешних полях и др.

Цель работы

Установить основные закономерности пластического течения в поверхностных слоях нагруженных твердых тел и его влияния на развитие деформации в объеме материала; основное внимание уделить изучению материалов в наноструктурном состоянии (во всем объеме или только в поверхностных слоях) и напыленных тонких пленок, в которых пластическая деформация преимущественно развивается на мезо- и макромасштабных уровнях.

В соответствии с целью работы были поставлены следующие ***задачи***:

– исследовать характер пластической деформации и разрушения простейшей двухуровневой системы “наноструктурные тонкие пленки на подложках” при различных видах нагружения, вскрыть роль границы раздела “пленка - подложка”;

- изучить основные закономерности распространения полос локализованной пластической деформации на мезо- и макромасштабном уровнях в образцах технического титана ВТ1-0, армко - железа, малоуглеродистой стали Ст 3 и ферритно-мартенситной стали 16Х12В2ФТаР, имеющих нано- (субмикро-) кристаллическую структуру в тонком поверхностном слое или во всем объеме материала;
- установить взаимосвязь локализации деформации в поверхностном слое на мезо- и макромасштабном уровнях со стадийностью кривых “напряжение –деформация”;
- путем последовательного термического отжига при постепенно повышающихся температурах выявить корреляцию между нано- и субмикрокристаллической структурой и характером локализации пластической деформации на различных масштабных уровнях;
- за счет наводороживания тонкого поверхностного слоя продемонстрировать влияние состояния поверхности на характер пластической деформации и механические свойства образцов титана ВТ1-0, находящегося в различных структурных состояниях;
- в рамках многоуровневого подхода построить физическую модель, описывающую развитие пластической деформации в поверхностных слоях нагруженных твердых тел в условиях несовместности деформации поверхностного слоя и основного объема материала.

На защиту выносятся следующие положения:

1. Поверхностный слой любого твердого тела является важной функциональной подсистемой, отклик которой на внешние воздействия различной природы (механические, тепловые и т.д.) существенно отличен от поведения основного объема материала. При механическом нагружении твердого тела как многоуровневой системы поверхностный слой является ведущим мезоскопическим структурным уровнем пластической деформации, существенно влияющим на развитие пластического течения в объеме материала.
2. Механическое поведение наноструктурных материалов особенно сильно зависит от состояния их поверхностных слоев. Это связано с интенсивным развитием механизмов деформации мезо- и макромасштабных уровней: самосогласованные некристаллографические мезо- и макрополосы, ориентированные по сопряженным направлениям максимальных касательных напряжений, двойные спирали мезополос. Соотношение вкладов сдвигов различных масштабных уровней определяет механическое поведение наноструктурных материалов.
3. На интерфейсе “неравновесный высокодефектный поверхностный слой – основной объем материала” или “напыленная тонкая пленка - подложка” возникает “шахматный” характер распределения напряженно-деформированного состояния. Он определяет специфические механизмы деформации поверхностного слоя наноструктурных материалов на мезо- и макромасштабных уровнях.
4. Обнаружен новый механизм деформации на мезомасштабном уровне в наноструктурированных поверхностных слоях твердых тел и тонких пленках – развитие локализованного пластического течения в виде двойных спиралей. В его основе лежит мезомеханика многоуровневого взаимодействия в подсистеме “неравновесный высокодефектный поверхностный слой – его интерфейс с подложкой”, имеющий “шахматную” структуру распределения напряженно – деформированного состояния.
5. Возникающая перед разрушением материала макролокализация пластического течения развивается как самостоятельная стадия. Ведущим механизмом деформации на этой стадии является формирование и самосогласованное развитие двух макрополос локализованной деформации, ориентированных вдоль направлений максимальных касательных напряжений по схеме креста или диполя. Нарушение этого самосогласования вызывает распространение трещины как поворотной моды деформации и разрушение материала.
6. Введение в процессе электролитического наводороживания малой концентрации водорода в поверхностный слой технического титана ВТ1-0 обусловливает его пластифицирование при одновременном повышении его пределов текучести и прочности. Формирование интерфейса “тонкий наводороженный поверхностный слой – основной объем материала” вызывает интенсивное развитие мезополос локализованной деформации в виде двойных спиралей, что задерживает развитие макролокализации деформации в образце и его разрушение. Растрескивание в процессе растяжения тонкого наводороженного слоя сопровождается снижением макромеханических характеристик образца и его пластичности.
7. Полосовая фрагментированная структура является эффективным барьером для развития сдвиговой деформации на микро-, мезо- и макромасштабных уровнях. В конструкционных материалах наноструктурированный поверхностный слой в сочетании с полосовой структурой в тонком поверхностном подслое позволяет одновременно увеличить их прочность и пластичность.

Научная новизна. Развито новое научное направление в описании деформируемого твердого тела как многоуровневой системы, в которой поверхностные слои являются самостоятельным мезоскопическим структурным уровнем деформации. В них развиваются нелинейные волновые процессы пластического течения, существенно влияющие на характер деформации и разрушения всего объема материала. На этой основе разработан принципиально новый метод упрочнения материалов путем создания в них наноструктурных поверхностных слоев с барьерным подслоем. Он обеспечивает повышение прочности материала с одновременным увеличением его пластичности.

Научная и практическая значимость

- Показано, что высокая прочность и низкая пластичность наноструктурных материалов обусловлены подавлением в них кристаллографических сдвигов на микроуровне и интенсивным развитием мезо- и макрополос локализованной пластической деформации. Последующий термический отжиг уменьшает локализацию деформации на мезо- и макромасштабных уровнях, обусловливая более однородное вовлечение в одновременное пластическое течение большего

объема материала. Это увеличивает как прочность, так и пластичность материала.

- Установлено, что полосовая фрагментированная наноструктура во всем объеме материала или только в его поверхностных слоях способствует развитию макрополос локализованной пластической деформации, самосогласованных по схеме диполя, креста или продольной зигзагообразной волны полного внутреннего отражения. С инженерной точки зрения макролокализация пластического течения всегда очень опасна.
- На основе многоуровнего подхода разработан принципиально новый метод упрочнения конструкционных материалов путем создания в них наноструктурных поверхностных слоев с барьерным подслоем. Он позволяет повышать прочность материала с одновременным увеличением его пластичности.
- Показано, что шероховатость поверхностей тонких пленок демонстрирует скейлинговое поведение, что позволяет описывать их как самоаффинные фракталы. Разработан метод аттестации шероховатости поверхностей тонких пленок, основанный на вычислении фрактальной размерности изображений, получаемых с помощью сканирующей туннельной и атомно-силовой микроскопии.

Апробация работы

Основные результаты работы докладывались и обсуждались на следующих международных конференциях:

"Third International Conference for Mesomechanics "MESOMECHANICS 2000"" (Xi'an, China), "Korea-Russia International Symposium on Science and Technology (Ulsan, Republic of Korea, 2000, 2003, Томск, 2001, 2004); EUROMECH COLLOQUIUM 418 "FRACTURE ASPECTS IN MANUFACTURING" (Москва, 2000), International Workshop "Mesomechanics: Foundations and Applications" (Томск 2001, 2003), XVII Межреспубликанская конференция "Численные методы решения задач теории упругости и пластичности" (Новосибирск 2001), Междисциплинарный симпозиум "Фракталы и прикладная синергетика" (Москва 2001), Международный симпозиум "Тонкие пленки в оптике и электронике" (Харьков, Украина, 2002, 2003), International Conference "Nanomaterials by Severe Plastic Deformation – NANOSPD2" (Vieena, Austria, 2002), 4th International Conference on New Challenges in Mesomechanics "MESOMECHANICS 2002" (Aalborg, Denmark), "7th APAM topical seminar "Multilayered Structures and Coatings"" (Guangzhou, China, 2002), Международная научно-техническая конференция "Тонкие пленки и слоистые структуры – 2002" (Москва), "The International Symposium "Chemical Vapor Deposition XVI and EUROCVD 14"" (Paris, France, 2003); VI Всероссийская (международная) конференция "ФИЗИКОХИМИЯ УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ (НАНО-) СИСТЕМ" (Томск 2003), X APAM topical seminar and III Conference "Materials of Siberia" "Nanoscience and Technology" (Новосибирск, 2003), "International Workshop "Mesomechanics: Foundations and Applications'2003"" (Tokyo, Japan), Международная конференция "СОВРЕМЕННЫЕ ПРОБЛЕМЫ ФИЗИКИ И ВЫСОКИЕ ТЕХНОЛОГИИ" (Томск, 2003), Второй международный семинар "Взаимодействие изотопов водорода с конструкционными материалами. IHISM-04" (Саров, 2004), "The Sixth International Conference for Mesomechanics "MULTISCALING IN APPLIED SCIENCE AND EMERGING TECHNOLOGY" (Греция, 2004), "Международная конференция по физической мезомеханике, компьютерному конструированию и разработке новых материалов" (Томск, 2004), 11th APAM seminar "The Progresses in Functional Materials" (Ningbo, China, 2004), Научно-практическая конференция материаловедческих обществ России "Создание материалов с заданными свойствами: методология и моделирование" (Звенигород, 2004), 11th International conference on fracture (Turin, Italy, 2005), II Всероссийская научная конференция "Материалы ядерной техники" (Туапсе, 2005).

Публикации. Основное содержание диссертации изложено в 47 работах, опубликованных в рецензируемых отечественных и зарубежных журналах, а также трудах международных конференций. Перечень публикаций приведен в конце автореферета.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения и списка литературы. Общий объем работы составляет 311 страниц, включая 186 рисунков, 7 таблиц, библиографический список содержит 303 наименования.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во **введении** обоснованы актуальность темы и выбор объектов исследований. Приведен обзор последних достижений в изучении исследования механического поведения нано- и субмикрокристаллических материалов и тонких пленок. Рассмотрена проблема водородной обработки титановых сплавов. Сформулированы цель и задачи, научная и практическая значимость работы; изложены основные положения, выносимые на защиту.

В **первой главе** представлены материалы исследований: а) тонкие пленки *Ti*, *Cu*, *Ag*, *Pd*, *Au*; б) объемные материалы: технически чистое армко - железо, технически чистый титан марки ВТ1-0, малоуглеродистая сталь Ст 3 и ферритно-мартенситная сталь 16Х12В2ФТаР; в) описаны методы создания в них нано- (субмикро-) кристаллического состояния.

Тонкие наноструктурные пленки осаждали методами термического и магнетронного напыления на подложки SiO_2/Si и полипропилена. Субмикрокристаллическую структуру во всем объеме образцов титана ВТ1-0 и армко - железа получали интенсивной пластической деформацией путем равноканального углового прессования. Для формирования субмикрокристаллической структуры в тонком поверхностном слое пластины технического титана ВТ1-0, армко - железа, малоуглеродистой стали Ст 3 и стали 16Х12В2ФТаР подвергали ультразвуковой обработке. При этом исходное состояние материала соответствовало условиям, обеспечивающим деформацию поверхностного слоя на мезомасштабном уровне.

Подробно изложены методы статических испытаний, исследования содержания водорода, морфологии поверхности и внутренней структуры нагруженных образцов. Особое внимание уделено исследованию механических характеристик тонких пленок.

С целью корректного определения твердости тонких металлических пленок в работе проведено сравнение точности и достоверности различных методов анализа данных наноиндентирования. Твердость пленок определяли с использованием методов Оливера-Фарра, работы индентирования, а также путем непосредственного измерения площади отпечатка индентора с помощью атомно-силовой микроскопии (АСМ). Для исключения влияния подложки на измеренные значения твердости применяли методику определения истинной твердости пленок. На примере тонких пленок *Ag* на подложке *Si* показано, что в случае высокой

шероховатости поверхности пленок возможно использование нагрузки, при которой глубина проникновения индентора превышает 10% от толщины пленки. При этом применение метода Оливера – Фарра в сочетании с вычислением истинной твердости позволяет корректно определить механические характеристики тонких пленок на подложке.

Эволюцию деформационного рельефа поверхности образцов при различных степенях деформации изучали с помощью оптической, просвечивающей и растровой электронной, сканирующей туннельной и атомно-силовой микроскопии. Количественную аттестацию пластической деформации объемных материалов проводили путем анализа полей векторов смещений, получаемых оптико-телевизионным измерительным комплексом TOMSC высокого разрешения с помощью компьютерной обработки оптических изображений, а также путем анализа распределения главного пластического сдвига.

Для количественного описания рельефа поверхности тонких пленок использовали среднеквадратичную шероховатость и фрактальную размерность. Показано, что шероховатость поверхностей тонких пленок демонстрирует скейлинговое поведение, что позволяет описывать их как самоаффинные фракталы. Создана методика определения граничных масштабов, в пределах которых существует статистическая самоаффинность поверхностей тонких наноструктурных пленок. Разработан метод аттестации шероховатости поверхностей тонких пленок, основанный на вычислении фрактальной размерности изображений, получаемых с помощью сканирующей туннельной (СТМ) и атомно-силовой микроскопии.

Поскольку точность определения величины фрактальной размерности в значительной мере зависит от метода проведения фрактального анализа и параметров АСМ-изображений, то в работе было проведено сравнение различных методов вычисления фрактальной размерности. Тестирование на модельных самоаффинных броуновских поверхностях показало, что метод триангуляции поверхности позволяет с высокой точностью оценить величину фрактальной размерности. Установлено, что для получения достоверного значения фрактальной размерности изображений, полученных с помощью сканирующей туннельной или атомно-силовой микроскопии, необходимо производить изменение масштаба так, чтобы размер АСМ-изображения вдоль оси *z* был сравним с его размерами в плоскости поверхности.

Разработанный алгоритм применен для численного описания шероховатости поверхностей тонких пленок оксида кремния. Обнаружена зависимость величины фрактальной размерности данных пленок от количества точек в АСМ-изображении. Показано, что в отличие от перепада высоты и среднеквадратичной шероховатости, фрактальная размерность демонстрирует хорошую корреляцию с морфологией поверхностей тонких пленок SiO_2 на различных масштабных уровнях. Таким образом, применение фрактального анализа в сочетании с использованием атомно-силовой микроскопии может явиться оптимальным методом контроля состояния поверхностей тонких пленок.

Во **второй главе** представлены результаты исследования характера пластической деформации и разрушения тонких нанокристаллических пленок при термическом отжиге и одноосном растяжении. Интерпретация полученных результатов проведена на основе многоуровневой модели деформируемого твердого тела, позволяющей корректно описать развитие пластической деформации материалов на различных масштабных уровнях.

Обоснование “шахматной” структуры распределения напряжений и деформаций на границе раздела “пленка - подложка”

Различие коэффициентов термического расширения пленки и подложки обусловливает несовместность их деформаций в процессе термического воздействия (нагружения). Например, в тонких пленках *Cu* развиваются биаксиальные напряжения, величина которых составляет ~420 МПа при температуре 200 °С и ~1140 МПа при $T = 500$ °С. Поскольку предел текучести исследуемых пленок, оцененный по данным наноиндентирования при комнатной температуре, равен $\sigma_y = 530$ МПа, и при повышении температуры предел текучести существенно уменьшается, то можно полагать, что уже при $T = 200$ °С возникающие термические напряжения превышают величину σ_y, обусловливая пластическую деформацию пленок *Cu*.

Изменение рельефа поверхности тонких металлических пленок на кремниевой подложке в процессе термической обработки обусловлено развитием двух конкурирующих процессов: ростом зерен и формированием периодической ячеистой или складчатой мезоструктуры на поверхности пленок. Наряду с ростом среднего размера зерна, начиная с температуры 200 °С, на поверхности тонких пленок наблюдается образование ячеистой мезоструктуры (рис. 1. а). При увеличении температуры отжига до 300 °С и выше ячеистая структура преобразуется в складчатую (рис. 1. б).

Согласно теоретическим расчетам [10] в одномерном приближении, в случае различия коэффициентов термического расширения материалов пленки и подложки на их границе раздела имеет место пространственная осцилляция нормальных

$$\sigma = A\sigma_{\text{y}} \sin\frac{x + l_x}{t\sqrt{2}} \qquad (1)$$

и касательных

$$\tau = B\sigma_{\text{y}} \cos\frac{x + l_x}{t\sqrt{2}} \qquad (2)$$

термических напряжений; ось *x* направлена вдоль границы раздела двух сред. Здесь А, В – постоянные, $l_x = \frac{1}{\sqrt{2}}\left(\frac{\pi}{2} + n\pi\right)t$, *t* – толщина пленки. Нетрудно показать, что в двумерном представлении это распределение имеет вид “шахматной доски”, в которой области сжимающих напряжений чередуются с областями растягивающих (рис. 1. в). В процессе термического отжига при превышении предела текучести пленок происходит релаксация напряжений посредством массопереноса из областей растяжения в области сжатия. В результате на поверхности пленки формируется ячеистый/складчатый рельеф, выявляющий области, в которых сжимающие напряжения достигают максимума.

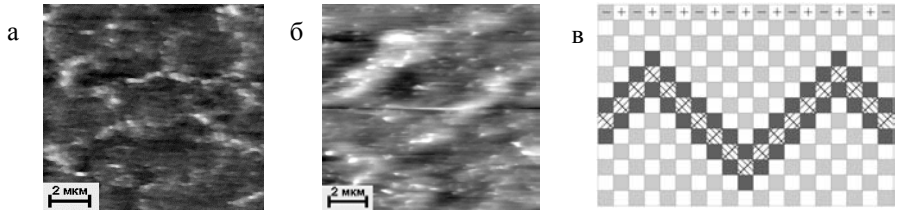

Рис. 1. АСМ-изображения поверхности пленки *Cu* после отжига в вакууме в течение 1 часа при температурах 200 (а) и 500 °С (б) и двухмерная схема осцилляции внутренних напряжений в системе “пленка - подложка” (в) (“+” – растягивающие напряжения, “–” – сжимающие напряжения)

Разрушение тонких пленок при повышенных температурах обусловлено формированием пор в местах максимальных растягивающих напряжений и образованием отдельных 3*D* островков. Значения энергии активации процессов роста зерен и отдельных островков хорошо согласуются с энергией активации поверхностной диффузии в исследованных пленках. Таким образом, именно диффузия по поверхности является процессом, контролирующим как рост зерен, так и формирование ячеистых/складчатых или островковых структур в исследованных пленках. Это подтверждается тем фактом, что оксидный слой, возникающий при отжиге на воздухе на поверхности металлических пленок, искажает правильную форму ячеистых структур.

Изменение морфологии поверхности тонких пленок при высокотемпературном отжиге приводит к двум принципиально важным заключениям:

- интерфейс “напыленная пленка – подложка” имеет “шахматную” структуру распределения напряженно-деформированного состояния;
- термический отжиг вызывает развитие в неравновесной тонкой пленке процессов восходящей диффузии с возникновением сегрегации атомов пленки в клетках сжимающих напряжений.

В случае объемных гетерогенных материалов с неравновесным поверхностным слоем это позволит закрепить шахматную структуру интерфейса дисперсными частицами и обеспечить дополнительный вклад в упрочнение материала.

Распространение волн локализованной пластической деформации в тонких нанокристаллических пленках в условиях “шахматного” распределения напряженно-деформированного состояния на границе раздела “пленка - подложка”

В случае активного растяжения пленок на подложках пластическая деформация пленки будет развиваться в условиях “шахматного” распределения напряженно – деформированного состояния на границе раздела “пленка - подложка”. В настоящей работе представлены результаты исследования характера пластической деформации и разрушения относительно прочных пленок *Ti* и более мягких пленок *Cu* в процессе их одноосного растяжения. В качестве подложки был выбран полипропилен, характеризующийся большой степенью упругой деформации.

Использование атомно-силовой микроскопии позволило выявить распространение по поверхности нагруженных образцов переплетающихся мезополос экструдированного материала, имеющих форму спирали (рис. 2. а, б). Полосы не имеют четко выраженного фронта распространения и появляются одновременно на всей поверхности образца. С увеличением степени деформации мезополосы становятся все более ярко выраженными. Существенное влияние на размер мезополос оказывает толщина пленки. Так, при ее увеличении от 100 до 900 нм ширина мезополос возрастает от 1 до 5 мкм.

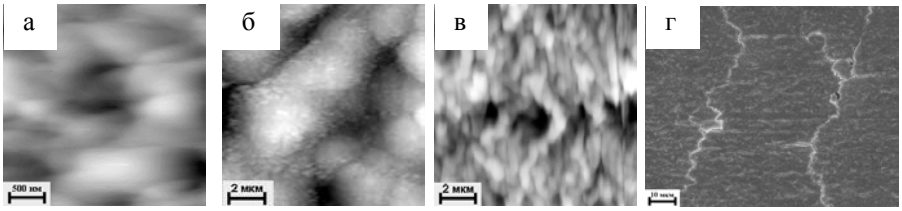

Рис. 2. АСМ- (а - в) и РЭМ (г) -изображения поверхности пленок *Ti* (а, в) и *Cu* (б, г); растяжение, $\varepsilon = 2{,}5$ (а, в) и 1,8 % (б, г)

В процессе деформации неравновесной тонкой пленки структурное превращение в мезополосе должно происходить с понижением ее неравновесности. Поэтому переплетающиеся полосы локализованного пластического течения должны иметь более высокие значения прочности, чем исходная неравновесная пленка. Действительно, при возникновении поперечных трещин в растягиваемой пленке спирали не разрушаются, а только растягиваются (рис. 2. в).

Механизм распространения локализованной пластической деформации в тонких пленках на подложках в виде спирали связан с осцилляцией нормальных и касательных напряжений на их границе раздела в виде “шахматной доски” (рис. 1. в). Светлые клетки на рис. 1. в соответствуют областям интерфейса, которые находятся под действием растягивающих нормальных напряжений. Материал этих клеток может испытывать пластическое течение путем сдвигов отдельных ламелей друг относительно друга с вертикальной составляющей в направлении свободной поверхности. Обозначим такие клетки символом “Pl”. Окружающие их темные клетки границы раздела находятся под действием сжимающих нормальных напряжений. Они нагружаются только упруго, испытывая всестороннее сжатие со стороны подложки и со стороны наноструктурированного поверхностного слоя. Обозначим эти клетки символом “El”. Они вызывают эффект каналирования в распространении сдвигов в “Pl” - клетках и непрерывно изменяют траекторию каналированных сдвигов по форме спирали.

Более низкая сдвиговая устойчивость неравновесной тонкой пленки вызывает опережающее развитие в ней локализованного пластического течения по сравнению с подложкой. Однако необходимость сопряжения пленки и подложки обусловливает сильное влияние границы раздела на поведение тонкой пленки. Ее пластическое течение зарождается на головке образца и развивается в сопряженных направлениях максимальных касательных напряжений только вдоль клеток “шахматного интерфейса”, которые испытывают действие растягивающих нормальных напряжений (рис. 1. в). Деформация осуществляется путем сдвигов ламелей друг относительно друга вовне образца с образованием над его поверхностью складки. Подобная сдвиговая деформация сопровождается поворотной модой и на границе такого солитона с клеточками “El” возникает деформация изменения формы с сильным локальным изгибом - кручения. Последняя генерирует сдвиг следующей ламели в клетке “Pl”, и этот процесс периодически повторяется, осуществляя спиральное распространение солитона в канале клеток “Pl”. Физика спиральной траектории сдвигов связана с их поперечной составляющей, которая непрерывно вызывает изгиб оси образца. Возникающий при этом изгибающий момент непрерывно изменяет траекторию сдвигов по закону спирали. Подобное локальное изменение формы образца путем распространения солитона изменения формы по спиральной траектории с постоянной скоростью кручения впервые было предсказано в работе [11].

Каждый источник на головке образца генерирует два солитона в сопряженных направлениях τ_{max}. Этого требуют заданные граничные условия (неизменность оси деформируемого образца). В результате все элементы спирали, которые ориентированы вдоль одного направления τ_{max}, проходят над пересекаемой спиралью. Элементы спиралей, ориентированные в сопряженном направлении τ_{max}, проходят под пересекаемой спиралью. Это свидетельствует о том, что при распространении спирали по клеткам “Pl” вдоль τ_{max} сдвиги ламелей увеличивают вертикальную составляющую в сторону свободной поверхности. При развороте спирали на сопряженное направление τ_{max} вертикальная составляющая сдвигов ламелей убывает по величине.

Ниже будет показано, что при исследовании объемных материалов с наноструктурированными поверхностными слоями кручение траектории движения нелинейной волны локализованного пластического течения в виде спирали развивается в наноструктурированном поверхностном слое на двух масштабных уровнях. Внутри канала “Pl” - клеток спиральная траектория сдвигов обусловливает экструзию ламелей на мезомасштабном уровне. Формирование спирали на протяжении всей рабочей части образца соответствует более высокому масштабному уровню, близкому к макроскопическому. Но природа спирального механизма локализованного пластического течения в наноструктурированных поверхностных слоях и тонких пленках на различных масштабных уровнях одна и та же.

Поскольку на поверхности полипропиленовой подложки после растяжения отсутствует какой-либо деформационный рельеф, то можно полагать, что распространение переплетающихся мезополос локализованной деформации обусловлено исключительно потерей сдвиговой устойчивости тонкой пленки в условиях “шахматного” распределения напряжений на границе раздела “пленка – подложка”.

Расстояние между мезополосами определяется толщиной пленки. Как следует из выражений (1) и (2), период осцилляции напряжений на границе раздела “пленка – подложка” равен $\Delta x = 2\sqrt{2}\,\pi t \approx 9t$. Ширина мезополос должна составлять $\Delta x/\sqrt{2} = 2\pi t \approx 6t$, т.е. линейно возрастать с увеличением толщины пленки, что и наблюдается в наших экспериментах.

Характер разрушения пленок (рис. 2. г) также свидетельствует о периодическом распределении напряжений на границе раздела “пленка - подложка”. Растрескивание пленки происходит в местах, где растягивающие напряжения достигают максимума. Поэтому расстояние между соседними первичными трещинами совпадает с периодом пространственной осцилляции напряжений. Несмотря на то, что период вторичного растрескивания существенно возрастает, он остается пропорциональным Δx.

В **третьей главе** показано, что эстафетное распространение взаимосвязанных трансляционных и поворотных мод деформации обусловливает волновой характер пластического течения не только тонких пленок, но и наноструктурных поверхностных слоев объемных материалов. В наноструктурных материалах пластическая деформация в поверхностных слоях развивается на мезомасштабном уровне с низким уровнем диссипации энергии. Это позволяет выявить в наноструктурных поверхностных слоях нелинейные волны локализованного пластического течения в виде двойных спиралей. Характер распространения таких нелинейных волн связывается с “шахматным” распределением напряжений на границе раздела “высокодефектный поверхностный слой – объем материала”.

В качестве материала исследований в данной главе был выбран технический титан ВТ1-0. Низкая сдвиговая устойчивость структуры титана (его энергия дефекта упаковки составляет всего 10 мДж/м^2), а также наличие в нем полиморфного превращения делают титан очень удобным объектом для выявления автономного поведения его поверхностных слоев. Проведено систематическое исследование локализации пластической деформации на различных масштабных уровнях и ее влияния на механические свойства образцов технического титана ВТ1-0, находящегося в рекристаллизованном состоянии, в состоянии проката, а также имеющего субмикрокристаллическую структуру в тонком поверхностном слое или во всем объеме материала.

Особенности локализации деформации и механического поведения титана ВТ1-0 в различном структурном состоянии

Анализ СТМ - изображений нагруженных образцов показал, что в процессе растяжения уже при $\varepsilon = 4\%$ на поверхности титана, подвергнутого предварительному прокату, ультразвуковой обработке или равноканальному угловому прессованию, выявляются переплетающиеся мезополосы экструдированного материала шириной около 5 мкм (рис. 3. а). Высота полос не превышает 1 мкм. При дальнейшем нагружении латеральные размеры и высота полос увеличиваются, и при степенях деформации $\varepsilon > 10\%$ на СТМ-изображениях становятся видны только их отдельные фрагменты. Однако построение монтажа из большого количества СТМ-изображений позволяет при больших степенях деформации также выявить на поверхности нагруженного образца систему переплетающихся мезополос, ориентированных в направлениях максимальных касательных напряжений (рис. 3. б). Ширина мезополос составляет 40…60 мкм, а их высота достигает 3 мкм.

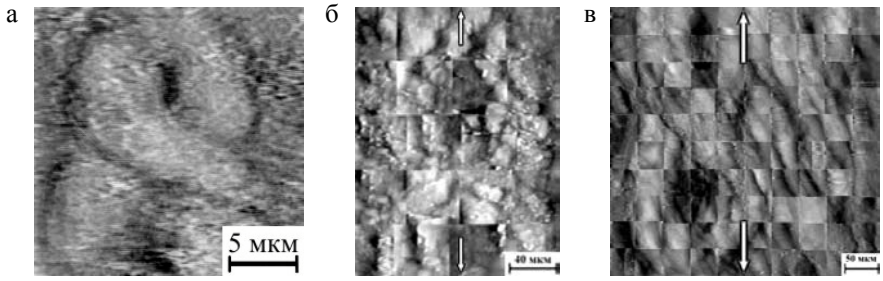

Рис. 3. СТМ-изображения поверхности титана в состоянии проката (а), а также подвергнутого предварительной ультразвуковой обработке (б) или равноканальному угловому прессованию (в); растяжение, ε = 4 (а), 27 (б) и 12 % (в)

Наряду с мезополосами экструдированного материала при растяжении образцов, имеющих субмикрокристаллическую структуру в поверхностном слое или во всем объеме материала, на их поверхности наблюдаются интрудированные зигзагообразные макрополосы локализованной деформации. Их ширина составляет 200…300 мкм. Макрополосы также зарождаются на захвате, являющемся базовым концентратором напряжений, и распространяются первоначально только в поверхностном слое материала. Движение макрополосы изгибает рабочую часть образца и вызывает появление на противоположной стороне нового концентратора напряжений, генерирующего полосу сброса. Таким образом, макрополосы распространяются зигзагообразно через всю ширину рабочей части. Края макрополосы также оказываются зигзагообразными (рис. 4), что отражает распространение макрополосы вдоль “активных” клеток “шахматной доски” распределения напряжений на

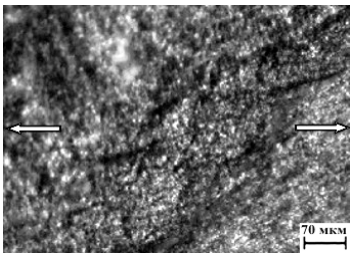

Рис. 4. Оптическое изображение поверхности растянутого образца титана, подвергнутого предварительному равноканальному угловому прессованию, ε=12 %

интерфейсе “поверхностный слой – объем материала”. Данные макрополосы появляются на стадии равномерного удлинения образца и обусловливают макролокализацию деформации в поверхностном слое.

Макрополосы, по существу, образуют протяженную зигзагообразную шейку в субмикрокристаллическом поверхностном слое материала. При дальнейшем нагружении макрополосы локально утоняют образец в области зигзагообразной шейки и формируют первую стадию макролокализации деформации.

Вторая стадия макролокализации пластического течения связана непосредственно с возникновением стационарной шейки и разрушением материала. Стационарная шейка образуется в макрополосе, развивающейся в месте максимального изгиба образца, формирующего в поверхностном слое макрогофр (рис. 5). Расчет полей векторов смещений и интенсивности пластической

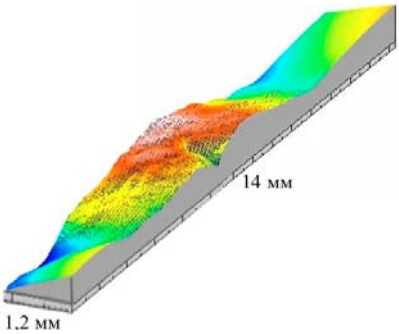

Рис. 5. Изображение макрогофра на поверхности нагруженных образцов субмикрокристал-лического титана ВТ1-0, полученное с помощью лазерного профилографа

деформации позволяет выявить четкую связь между развитием макрополос и образованием шейки и выделить два основных случая ее формирования. На рис. 6 представлен случай возникновения асимметричной шейки, когда в ней наблюдается одна макрополоса локализованной деформации. Внутри данной полосы интенсивность сдвига является максимальной (рис. 6. в). Завершается этот процесс развитием вдоль макрополосы магистральной трещины, которая обусловливает разрушение образца вдоль направления τ_{max} (рис. 6. г).

На рис. 7 изображен случай возникновения симметричной шейки. Два боковых макроконцентратора напряжений

генерируют симметричные макросдвиги в двух сопряженных направлениях τ_{max}. Завершается этот процесс разрушением образца, характер которого представлен на рис. 7. г.

Характер кривых “напряжение - деформация” нагруженных образцов существенно зависит от картины развития в поверхностном слое полос локализованной пластической деформации. Распространение переплетающихся мезополос экструдированного материала задерживает накопление в поверхностном слое деформационных дефектов и переход от мезо- к макролокализации деформации. Это обусловливает сохранение высокой пластичности субмикрокристаллических образцов титана. Напротив, развитие макрополос локализованной деформации сопровождается падением деформирующего напряжения на кривой σ - ε. Природа этого падения связана с двумя факторами. Во-первых, макролокализация приводит к уменьшению объема материала, одновременно участвующего в пластическом течении. Макроблоки нагруженного образца смещаются относительно друг друга вдоль макрополосы локализованной деформации, что существенно релаксирует внешние деформирующие напряжения. Данный эффект приводит к снижению деформационного упрочнения образца в целом. Во-вторых, макрополоса разрушает субмикрокристаллическую структуру, сформированную в результате ультразвуковой обработки или равноканального углового прессования.

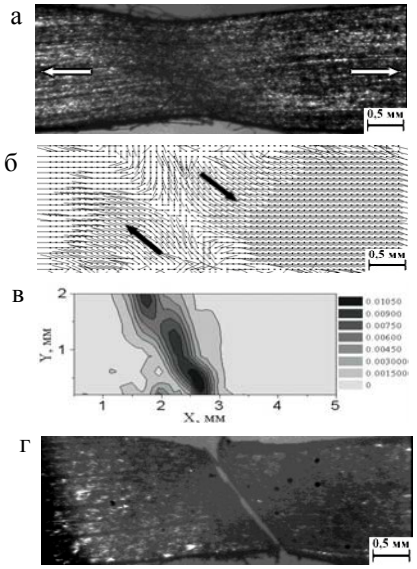

Рис. 6. Образование несимметричной шейки и характер разрушения при растяжении образцов титана с субмикрокристаллической структурой в поверхностном слое, ε = 23 %:
а – оптическое изображение поверхности образца; б – поле векторов смещений;
в – картина распределения главного пластического сдвига; г – характер разрушения образца

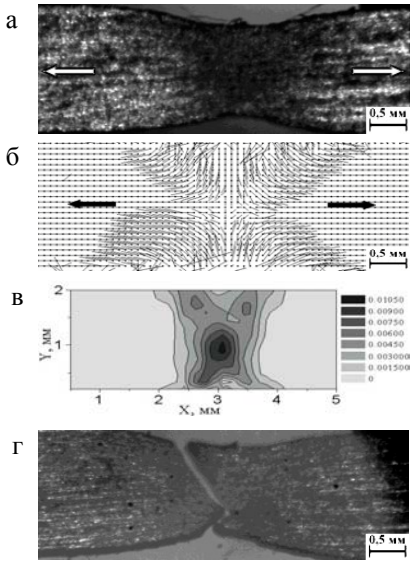

Рис. 7. Образование симметричной шейки и характер разрушения при растяжении образцов титана с субмикрокристаллической структурой в поверхностном слое, ε = 23 %:
а – оптическое изображение поверхности образца; б – поле векторов смещений;
в – картина распределения главного пластического сдвига; г – характер разрушения образца

Влияние термического отжига на характер локализации пластического течения нагруженных образцов

Путем последовательных отжигов при постепенно повышающихся температурах установлено, что разрушение субмикрокристаллической структуры в тонком поверхностном слое или во всем объеме технического титана ВТ1-0 обусловливает постепенное размытие мезополос локализованной деформации. Как видно из рис. 8, термический отжиг образцов увеличивает расстояние между мезополосами. Тем не менее, слабовыраженые мезополосы наблюдаются даже после отжига при 650 °С.

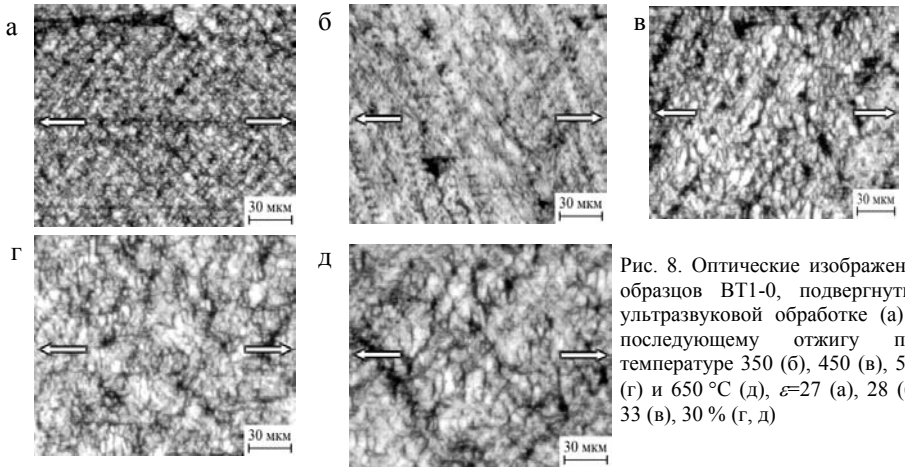

Рис. 8. Оптические изображения образцов ВТ1-0, подвергнутых ультразвуковой обработке (а) и последующему отжигу при температуре 350 (б), 450 (в), 550 (г) и 650 °С (д), ε=27 (а), 28 (б), 33 (в), 30 % (г, д)

Размытие переплетающихся мезополос локализованной пластической деформации на поверхности деформируемого образца после отжига при температуре 650 °С подтверждается исследованиями, проведенными с помощью сканирующего туннельного микроскопа (рис. 9. б).

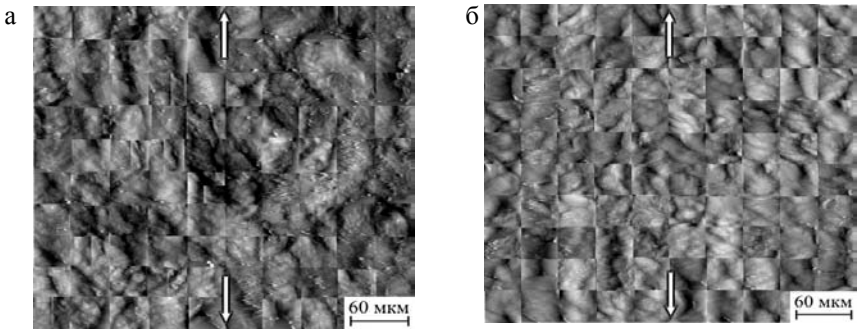

Рис. 9. СТМ – изображения поверхности титана, подвергнутого равноканальному угловому прессованию и последующему термическому отжигу при 550 (а) и 650 °С (б), ε=23 (а) и 24 % (б)

	Исходный образец	Наводороженный в течение 30 минут	Наводороженный в течение 120 минут
H, МПа	19924	39276	64516

Термический отжиг оказывает влияние и на развитие макролокализации деформации. Макрополосы интрудированного материала шириной ~300 мкм, распространяющиеся зигзагообразно через все сечение образца и обусловливающие формирование шейки, с трудом выявляются уже при отжиге при 350 °С. При увеличении температуры отжига до 450…650 °С макрополосы полностью исчезают. Исчезновение макрополос изменяет характер разрушения субмикрокристаллического титана от схемы скола к схеме нормального отрыва.

Совершенствование границ зерен вследствие уменьшения внутренних упругих напряжений в процессе отжига при 350 °С титана, имеющего субмикрокристаллическую структуру в тонком поверхностном слое или во всем объеме, приводит к существенному снижению микротвердости исследованных образцов. Дальнейшее увеличение температуры отжига вызывает более плавное уменьшение H_μ.

Несмотря на снижение микротвердости поверхностного слоя, отжиг при 350 °С титановых образцов не вызывает падения их прочностных характеристик при растяжении (рис. 10). Более того, низкотемпературный отжиг субмикрокристаллического титана

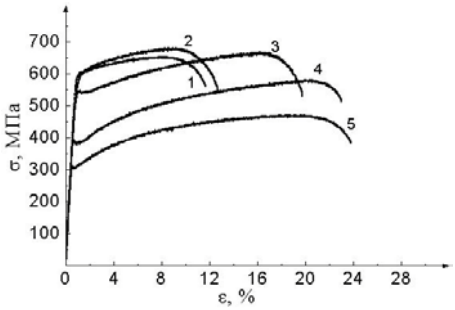

Рис. 10. Кривые “напряжение – деформация” прокатанного титана ВТ1-0 (1), подвергнутого ультразвуковой обработке (2) и последующему отжигу при 350 (3), 450 (4) и 550 °С (5)

приводит к более высокому пределу прочности и одновременному незначительному увеличению пластичности. Повышение температуры отжига до 450 °С вызывает снижение предела текучести субмикрокристаллического титана. Однако вследствие увеличения протяженности участка слабого деформационного упрочнения предел прочности материала сохраняется таким же высоким, а пластичность существенно увеличивается. Наконец, после отжига при 550 и 650 °С наблюдается дальнейшее снижение кривой течения и, как следствие, уменьшение всех прочностных характеристик у образцов титана, имеющих субмикрокристаллическую структуру в тонком поверхностном слое или во всем объеме.

Противоречивость снижения микротвердости после отжига при 350 °С и неизменность при этом пределов текучести и прочности связаны с наложением при отжиге нескольких эффектов. С одной стороны, релаксация упругих напряжений в приграничных областях должна приводить к снижению как микротвердости, так и сопротивления деформации при растяжении. С другой стороны, в сильно дефектной наноструктуре титана повышена растворимость кислорода, азота, углерода. При дислокационном возврате в приграничных зонах примеси внедрения будут осаждаться на границах зерен, закрепляя их. Это обусловит повышение предела текучести через эффект задержки генерации первичных дислокаций в поверхностном слое, которые уходят в объем материала, определяя его пластическое течение на пределе текучести. Наложение двух указанных факторов может сохранить неизменной кривую σ - ε после отжига при 350 °С при одновременном снижении микротвердости материала. В то же время, выделения второй фазы в зернах субмикрокристаллического титана (по всей вероятности, карбиды и нитриды титана) обусловливают слабое снижение микротвердости при увеличении температуры отжига от 350 °С до 450 °С.

Для понимания закономерностей изменения кривых σ - ε наноструктурных материалов при их отжиге очень важно учитывать также эффект развития в них мезо- и макрополос локализованной деформации. В материалах, характеризующихся изначальной склонностью к локализации деформации, размытие мезополос и исчезновение макрополос обусловливает одновременное вовлечение в пластическую деформацию большего объема материала и увеличение протяженности стадии деформационного упрочнения. Последнее позволяет сохранить высокий предел прочности с одновременным возрастанием пластичности.

Увеличение температуры отжига титановых образцов до 550 °С и выше приводит к существенному росту зерна и полному разрушению субмикрокристаллической структуры, и, следовательно, к снижению прочностных свойств. Однако вовлечение дислокационного механизма деформации (микромасштабный уровень) вызывает увеличение пластичности материала. Естественно, что более наглядно изменение механических характеристик проявляется в образцах титана, имеющих субмикрокристаллическую структуру во всем объеме.

Влияние водородной обработки на механическое поведение технического титана, находящегося в различных структурных состояниях

Для подтверждения сильного влияния поверхностного слоя на развитие пластической деформации в объеме материала и характер разрушения твердых тел поверхность титана была модифицирована путем электролитического наводороживания. В настоящей работе представлены результаты исследования наводороживания тонкого поверхностного слоя на деформационное поведение и механические свойства образцов титана в различных структурных состояниях (рекристаллизованном, субмикрокристаллическом в тонком поверхностном слое или во всем объеме материала).

Методом термостимулированного газовыделения водорода показано, что последний присутствует во всех исследуемых образцах титана ВТ1-0 независимо от его структурного состояния. В процессе формирования субмикрокристаллической структуры в титане происходит перераспределение водорода, захваченного дефектами, и его преимущественное накопление на границах зерен. Об этом свидетельствует сужение максимума на кривой интенсивности газовыделения водорода от температуры. Кроме этого наблюдается смещение максимума в высокотемпературную область. Положение максимума позволяет оценить энергию связи водорода в материале: в результате равноканального углового прессования энергия связи водорода в титане увеличивается от 1,95 до 2,20 эВ.

Анализ профилей распределения концентраций положительных ионов H^+ свидетельствует о том, что во всех исследованных образцах наблюдается рост концентрации водорода в приповерхностном слое с увеличением времени электролитического наводороживания. Интенсивность поглощения титаном водорода резко увеличивается после создания субмикрокристаллической структуры в тонком поверхностном слое либо во всем объеме материала. Максимальная глубина проникновения водорода в объем исследуемых образцов не превышает 2 мкм.

Независимо от структурного состояния при растяжении образцов титана, наводороженных в течение 60 и 120 минут, имеет место расстрескивание тонкого поверхностного слоя (рис. 11). Период растрескивания определяется пространственной осцилляцией напряжений на границе раздела “наводороженный поверхностный слой – основной объем”. С увеличением длительности водородной обработки расстояние между трещинами возрастает.

а б

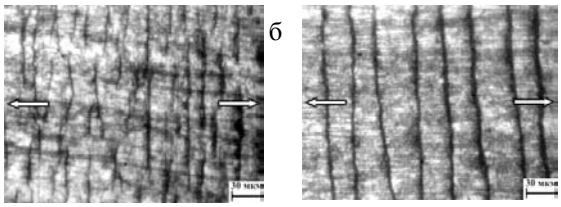

Рис. 11. Оптические изображения поверхности субмикрокристаллического титана ВТ1-0, подвергнутого наводороживанию в течение 60 (а) и 120 минут (б); ε = 15 (а), 13% (б)

Развитие трещин не влияет на характер распространения переплетающихся мезополос локализованной деформации в поверхностном слое наводороженных образцов титана, имеющих субмикрокристаллическую структуру в тонком приповерхностном слое либо во всем объеме материала (рис. 12). Более того, наводороживание позволяет более детально исследовать тонкую структуру мезополос. Как видно из рис. 13, мезополосы состоят из отдельных ламелей, испытывающих сдвиг как целое относительно друг друга. В свою очередь, в пределах каждой ламели проявляется еще более мелкая поперечная ламельная структура.

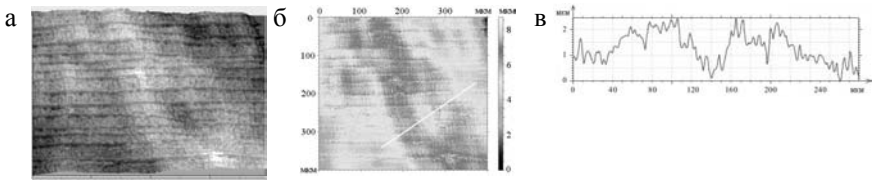

Рис. 12. Морфология поверхности (а, б) и профилограмма (в) субмикрокристаллического титана, подвергнутого наводороживанию в течение 60 минут, растяжение,

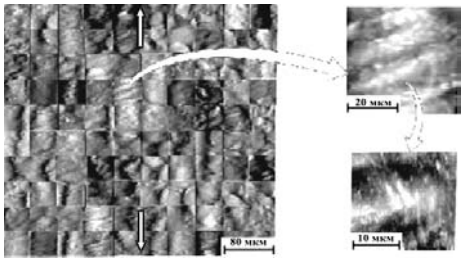

Рис. 13. СТМ-изображения поверхности образца ВТ1-0, подвергнутого растяжению после предварительной ультразвуковой обработки и последующего наводороживания в течение 60 минут; $\varepsilon = 17$ %

Проведение экспериментов в условиях одноосного растяжения образцов, имеющих субмикро-кристаллическую структуру в тонком поверхностном слое или во всем объеме материала, вызывает слияние деформируемого материала в клетках с растягивающими нормальными напряжениями в мезополосах локализованного пластического течения и не позволяет получить прямое экспериментальное доказательство эффекта “шахматной доски” в распределении деформаций на границе раздела “высокодефектный поверхностный слой – основной кристалл”. Для предотвращения такого слияния и сохранения дискретных островков экструдированного материала в клетках с растягивающими нормальными напряжениями необходимо основной объем деформируемой многоуровневой системы сохранять в стационарном состоянии. Тогда в координатах (x,y,z) избыточная деформация поверхностного слоя будет развиваться в основном вдоль оси z. Подобную деформацию целесообразно осуществлять знакопеременным изгибом образца при его нагружении в упругой области.

При знакопеременном изгибе плоских образцов поликристаллического титана ВТ1-0 с наводороженным поверхностным слоем получено прямое экспериментальное подтверждение эффекта “шахматного” распределения пластической деформации в зоне интерфейса “поверхностный слой - подложка” (рис. 14). В крупных клетках “шахматного” распределения деформации в

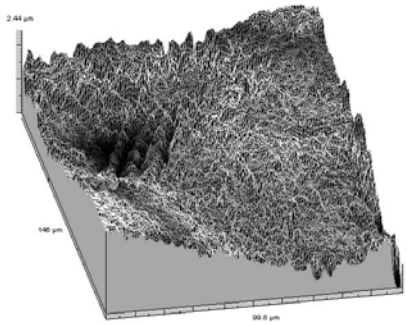

Рис. 14. Объемная профилометрическая картина “шахматной” структуры зоны локальной интрузии; N=12,4·10^6 циклов

наводороженном поверхностном слое обнаруживается более тонкое гофрирование. Это согласуется с теоретическим предсказанием [12] о необходимости формирования многоуровневого самосогласованного деформационного профиля на интерфейсе двух разнородных сред для обеспечения условия совместности их сопряжения.

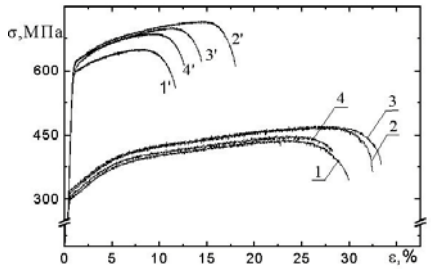

Рис. 15. Кривые “напряжение - деформация” образцов рекристаллизованного (1-4) и субмикрокристаллического титана ВТ1-0 (1′-4′) до (1, 1′) и после наводороживания в течение 30 (2, 2′), 60 (3, 3′) и 120 минут (4, 4′)

Наводороживание тонкого приповерхностного слоя существенно влияет на макромеханические характеристики образцов при растяжении. При малых временах наводороживания в поверхностном слое титана образуется твердый раствор внедрения, обусловливающий искажения кристаллической решетки и возникновение в ней статсмещений. Первый фактор приводит к задержке начала пластического течения и, как следствие, к увеличению предела текучести. Второй фактор способствует смещению ламелей в мезополосах экструдированного материала. Это задерживает возникновение в образце макролокализации деформации и приводит к одновременному увеличению как прочности, так и пластичности (рис. 15). Причем, поскольку субмикрокристаллический титан более склонен к локализации деформации, то и эффект увеличения пластичности при наводороживании поверхностного слоя в нем существенно выше.

Наводороживание в течение 60 минут и более вызывает охрупчивание поверхностного слоя технического титана. Периодическое растрескивание поверхностного слоя, имеющее место в процессе растяжения нагруженных образцов титана, приводит к снижению их механических свойств. Период растрескивания определяется периодическим распределением концентраторов напряжений, вызванных необходимостью совместности деформации тонкого упрочненного слоя и основного объема материала. В общем случае расстояние между трещинами зависит от толщины слоя, соотношения механических характеристик упрочненного слоя и основного материала, характера переходной зоны и др. Как было показано в гл. 2, период осцилляций напряжений на границе раздела “пленка – подложка” в ~9 раз превышает толщину пленки. В нашем случае при глубине наводороживания 1…2 мкм расстояние между трещинами составляет 10…15 мкм. С увеличением длительности водородной обработки расстояние между трещинами возрастает, что хорошо согласуется с результатами вторичной ионной масс-спектроскопии.

Наноиндентирование позволяет наиболее эффективно исследовать механические характеристики тонкого наводороженного слоя титановых образцов. В работе проводили исследования при максимальной нагрузке 10, 100 и 300 мН. При нагрузке P_{max} = 10 мН глубина проникновения индентора не превышает 160 нм. В этом случае в процесс пластической деформации под действием наноиндентора вовлекается только упрочненный поверхностный слой. Как видно из таблицы 1, наводороживание в течение 30 минут увеличивает твердость поверхностного слоя в два раза. С увеличением времени наводороживания до 120 минут твердость поверхностного слоя возрастает более чем в 3 раза по сравнению с твердостью исходного образца. Такой поверхностный слой уже проявляет эффект хрупкого растрескивания при растяжении.

Таблица 1. Твердость и глубина проникновения индентора

	Исходный образец	Наводороженный в течение 30 минут	Наводороженный в течение 120 минут
H, МПа	19924	39276	64516

В **четвертой главе** представлены результаты исследований нелинейных волн локализованной пластической деформации различных масштабов в образцах армко - железа, малоуглеродистой стали Ст 3 и ферритно-мартенситной стали 16Х12В2ФТаР, подвергнутых предварительному равноканальному угловому прессованию или ультразвуковой обработке.

Армко - железо

Электронно-микроскопические исследования позволили установить, что тип дефектной субструктуры, формирующейся в армко-железе в результате равноканального углового прессования, и ее количественные параметры определяются режимом деформирования и числом проходов. В образцах армко – железа преобладающим типом субструктур являются микрополосы деформации, разделенные субграницами на фрагменты анизотропной формы. Увеличение числа проходов приводит к уменьшению продольных и поперечных размеров фрагментов.

Полосовая фрагментированная мезосубструктура является эффективным барьером для развития сдвиговой деформации на микро- и мезомасштабном уровнях. Пластическое течение реализуется путем развития мезо- и макрополос около одной либо у обеих головок образца, в то время как его рабочая часть остается практически недеформируемой. При степени деформации $\varepsilon \sim 0{,}5$ % вблизи галтельных переходов рабочей части образца к их головкам зарождаются мезополосы локализованной деформации (рис. 16. а, г). Они распространяются в узкой пригалтельной зоне нагруженного образца по направлениям

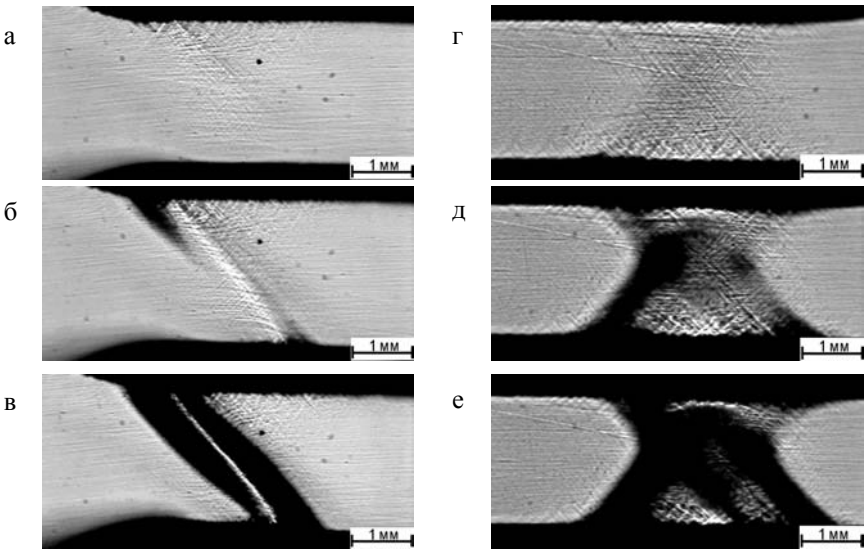

Рис. 16. Различные виды распространения мезо- и макрополос локализованной деформации, субмикрокристаллическое армко - железо, $\varepsilon = 3$ (а, г), 4 (б, д) и 5 % (в, е)

максимальных касательных напряжений, ширина мезополос составляет ~70 мкм.

При дальнейшем нагружении в зоне мезополос формируется макрополоса локализованной деформации шириной ~300 мкм (рис. 16. б). Сохранение неизменной оси образца обусловливает возникновение на противоположной стороне встречной макрополосы с материальным поворотом обратного знака. Самоорганизация движения макрополос локализованной деформации происходит либо по схеме диполя (рис. 16. в), либо по схеме креста самосопряженных макрополос (рис. 16. е). После нарушения самосогласования поворотных мод деформации в диполе или кресте самосопряженных макрополос возникает разрушение образца. Магистральная трещина проходит внутри макрополосы вдоль направления τ_{max} в условиях дипольного самосогласования или зигзагообразно по двум сопряженным направлениям τ_{max} при самосогласовании макрополос по схеме креста.

На рис. 17. а представлена субструктура субмикрокристаллического железа, выявленная с применением просвечивающей электронной микроскопии. Эта субструктура сохраняется и в полосах локализованного пластического течения при небольших степенях деформации нагруженного образца. Видно, что на начальном этапе пластическое течение субмикрокристаллического армко - железа осуществляется интенсивным развитием микрополос под углом 45° к уже существующим, которые принято называть в литературе *shear-bands*. Кроме этого, в областях материала, прилегающих к вновь образованным микрополосам, часто наблюдается существенное измельчение субзеренной структуры. Наблюдаемая фрагментация материала связана с поворотными модами деформации на мезомасштабном уровне, которые самосогласованы с поворотными модами деформации на макромасштабном уровне.

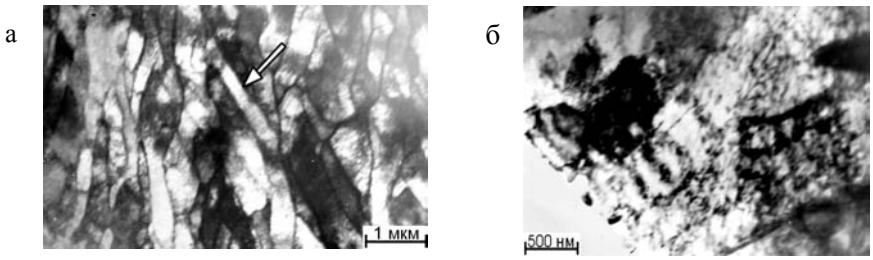

Рис. 17. Электронно-микроскопические изображения субструктуры, формирующейся внутри мезо-(а) и макрополосы локализованной деформации (б) в субмикрокристаллическом армко - железе, $\varepsilon = 2$ (а) и 10% (б)

В процессе развития макрополос локализованной деформации при растяжении полосовая фрагментированная структура материала, сформированная предварительным равноканальным угловым прессованием, разрушается, приводя к образованию сетчатой дислокационной субструктуры (рис. 17. б). Скалярная плотность дислокаций в таких областях невелика и составляет 3×10^9 см$^{-2}$.

Наличие мезо- и макрополос локализованной деформации и характер их эволюции в ходе нагружения образца определяет вид кривых σ - ε и механические свойства субмикро- кристаллического армко – железа.

Измельчение субзеренной структуры в процессе распространения мезополос обусловливает высокие значения деформационного упрочнения, а следовательно, и увеличение прочности материала (рис. 18, кривая 2).Разрушение субмикрокристаллической структуры, напротив, обусловливает сильно выраженное разупрочнение нагруженных образцов. Кроме

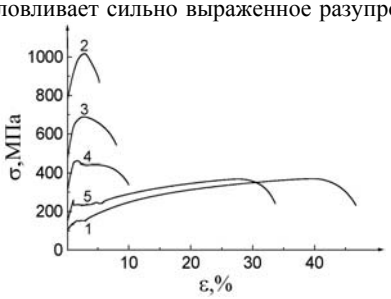

Рис. 18. Кривые “напряжение – деформация” образцов армко - железа в различных структурных состояниях: отожженном (1), подвергнутом равноканальному угловому прессованию без поворота заготовки, 12 проходов (2) и последующему отжигу при температурах 250 (3), 350 (4) и 450 °С (5)

того, макролокализация приводит к уменьшению объема материала, одновременно участвующего в пластическом течении. Две части образца смещаются относительно друг друга вдоль макрополосы, что существенно снижает внешние деформирующие напряжения. Наконец, активное выделение частиц карбидной фазы, обнаруженное в результате микроструктурных исследований, должно сопровождаться снижением прочностных характеристик материала за счет разупрочнения твердого раствора и разблокирования дислокаций. Учитывая, что углерод обусловливает сильное твердорастворное упрочнение армко - железа, естественно ожидать существенный вклад выделения карбидной фазы в снижение прочности образца в процессе макролокализации.

Чтобы показать, что именно полосовая фрагментированная структура является барьером для распространения деформации от головки образца в его рабочую часть и причиной макролокализации деформации вблизи головок образца, были проведены исследования структуры, характера пластической деформации и механических свойств при растяжении армко - железа, подвергнутого равноканальному угловому прессованию и последующему термическому отжигу. Установлено, что низкотемпературный отжиг (0,2…0,4)$T_{рекр}$ позволяет в широких пределах изменять внутреннюю структуру и характер пластической деформации исследуемых образцов. Термообработка при 250 °С не оказывает существенного влияния на морфологию дефектной субструктуры материала независимо от режима предварительного равноканального углового прессования. Как и в исходном субмикрокристаллическом состоянии, преобладающим типом субструктуры являются деформационные полосы, разделенные поперечными субграницами на фрагменты.

Влияние отжига при более высоких температурах оказывается различным в зависимости от количества проходов при равноканальном угловом прессовании. Например, в случае 4^{x} проходов прессования, осуществляемых без поворота заготовки, увеличение температуры отжига до 350 °С обусловливает полное разрушение микрополос деформации с одновременным образованием зеренной структуры. Зерна имеют анизотропную форму, их размер варьируется в интервале 2…6 мкм. В то же время в образцах субмикрокристаллического армко - железа, полученного при 12 проходах, структура деформационных микрополос, разделенных поперечными субграницами на фрагменты, сохраняется. В результате быстрая макролокализация деформации нагруженных образцов субмикрокристаллического армко – железа не исчезает. Можно ожидать, что создав полосовую фрагментированную структуру и закрепив ее дисперсными частицами, можно будет эффективно использовать барьерный эффект полосовой субструктуры при высоких температурах.

Лишь после отжига при 450 °С в исследуемых образцах армко - железа, независимо от режима предварительного равноканального углового прессования, протекают рекристаллизационные процессы. Деформация мелких равноосных зерен без макролокализации обусловливает увеличение протяженности стадии слабого линейного упрочнения, и высокие значения как предела прочности, так и пластичности материала (рис. 18, кривая 5).

Таким образом, полосовая фрагментированная структура, сформированная в материале в результате предварительного равноканального углового прессования, является эффективным барьером для распространения деформации вдоль рабочей части нагруженного образца. С другой стороны, быстрая макролокализация деформации обусловливает низкую пластичность субмикрокристаллических материалов. В связи с этим, было предложено создавать полосовую фрагментированную структуру только в тонком подповерхностном слое материала. Создание подобного барьерного подслоя при одновременном наноструктурировании наружного поверхностного слоя должно способствовать релаксации напряжений на границе раздела “поверхностный слой - подложка” сдвигами вовне образца и затруднять проникновение дефектов с поверхности в объем материала. Если при этом основной объем материала будет сохранять равноосную зеренную структуру, то можно получить увеличение прочностных характеристик при сохранении высокой пластичности нагруженного образца.

Оптимальным способом создания полосовой структуры в тонком поверхностном подслое является ультразвуковая обработка. Однако эффект ультразвукового воздействия определяется исходной структурой материала. Например, ультразвуковая обработка рекристаллизованного армко – железа не позволяет создать в поверхностном слое однородную полосовую структуру и не приводит к увеличению его прочности при растяжении. Такая обработка обусловливает развитие пластической деформации поверхностного слоя на микромасштабном уровне. Увеличение плотности дислокаций в поверхностном слое приводит к его упрочнению, но вклад данного упрочнения (по закону аддитивности) в макромеханические характеристики образца пренебрежимо мал. Таким образом, чтобы сформировать в образце полосовую фрагментированную структуру, являющуюся барьером для зарождения дислокаций и их ухода вглубь материала, и, тем самым, существенно повысить его механические свойства, необходимо обрабатывать более прочный материал.

Малоуглеродистая сталь

На примере образцов малоуглеродистой стали Ст 3 показано, что несоразмерность деформации поверхностного слоя и основного материала приводит к появлению складчатых структур, направленных параллельно и перпендикулярно оси нагружения. Период гофра оказывается разным в продольном и поперечном направлениях относительно оси нагружения, коррелируя с соответствующими продольными и поперечными размерами образца (рис. 19).

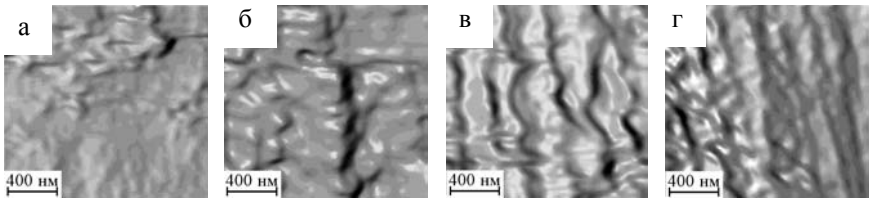

Рис. 19. СТМ - изображения поверхности образцов Ст 3 при различных степенях деформации, $\varepsilon = 0$ (а), 1 (б), 2 (в), 6% (г)

Возникающие в вершинах складок в местах максимальной кривизны кристаллической решетки микроконцентраторы напряжений генерируют дислокации, которые уходят внутрь образца по плоскостям скольжения, обеспечивая пластическое течение объема образца. Предварительная ультразвуковая обработка усиливает масштаб складчатости и позволяет детально

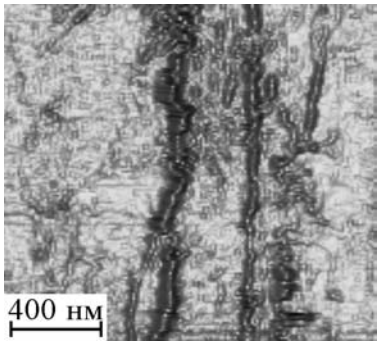

Рис. 20. Дислокационные ямки на поверхности плоского образца Ст 3, подвергнутого предварительной ультразвуковой обработке и последующему растяжению на $\varepsilon = 10\%$; СТМ - изображение

исследовать дислокационные ямки, являющиеся следами зарождения дислокаций на поверхности (рис. 20).

Формирование в тонком поверхностном слое полосовой фрагментированной структуры существенно влияет на макромеханические характеристики образца Ст 3 при растяжении. Являясь барьером для проникновения дефектов вглубь материала, данная полосовая структура позволяет задержать начало макролокализации деформации в объеме образца и, тем самым, одновременно увеличить как прочность, так и пластичность материала (рис. 21).

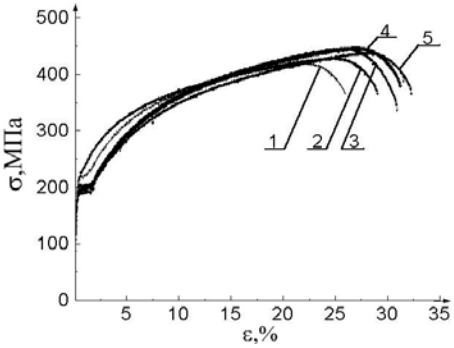

Рис. 21. Кривые “напряжение – деформация” прокатанных образцов Ст 3 (1), подвергнутых ультразвуковой обработке (2) и последующему отжигу при температурах 750 (3), 830 (4) и 900 °С (5)

Последующий термический отжиг при $T = 750$, 830 и 900 °С разрушает исходную полосовую структуру, но формирует ячеисто-сетчатую дислокационную субструктуру ($\rho > 10^{10}$ см$^{-2}$). Необходимость совместности деформации подобного поверхностного слоя и основного материала обусловливает “шахматный” характер распределения напряжений на их границе раздела и распространение переплетающихся мезополос экструдированного материала (рис. 22). В процессе движения мезополоса

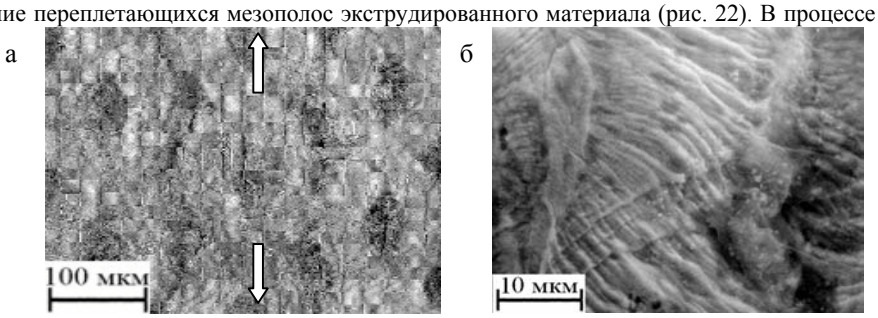

Рис. 22. СТМ- (а) и РЭМ (б) - изображения мезополос на поверхности образца Ст 3, подвергнутого ультразвуковой обработке и последующему отжигу при температуре 830 °С; $\varepsilon = 32\%$

испытывает смещение отдельных ламелей друг относительно друга вовне образца. Подобное распространение переплетающихся мезополос, в которых дефекты выдавливаются наружу, а не уходят вглубь материала, обусловливает увеличение протяженности стадии слабого деформационного упрочнения, более позднее наступление макролокализации и еще большее увеличение прочности и пластичности образцов (рис. 21).

По аналогии с тонкими пленками, при термическом отжиге малоуглеродистой стали, подвергнутой ультразвуковой обработке, в их поверхностном слое происходит выделение атомов углерода по границам клеток сжимающих и растягивающих напряжений. Этим можно объяснить увеличение эффекта одновременного возрастания прочности и пластичности материала при его отжиге после предварительной ультразвуковой обработки (рис. 21).

Ферритно-мартенситная сталь 16Х12В2ФТаР

Гетерогенная внутренняя структура и высокий уровень деформирующих напряжений высоколегированных сталей обеспечивают развитие пластической деформации их поверхностных слоев, подвергнутых предварительной ультразвуковой обработке, на мезомасштабном уровне. Это позволяет реализовать в них “эффект поверхностного слоя”, который существенно повышает прочностные характеристики образца в целом. Однако при общей невысокой пластичности высоколегированных сталей получить одновременное увеличение и прочности, и пластичности в результате ультразвуковой обработки их поверхностного слоя не всегда удается.

Как правило, пластичность высоколегированных сталей после ультразвукового воздействия снижается. В то же время, варьируя их исходное состояние и режимы термомеханической обработки, можно получить одновременное увеличение как прочности, так и пластичности даже для данного класса материалов.

В настоящей работе на примере ферритно-мартенситной стали 16Х12В2ФТаР показано влияние ее исходного структурного состояния на эффект ультразвукового воздействия. Было использовано два вида нагружения: трехточечный изгиб (при котором поверхностные слои деформируются пластически, а объем – упруго, а значит можно в явном виде продемонстрировать зависимость эффекта ультразвуковой обработки от исходной структуры) и одноосное статическое растяжение (при котором выявляется влияние полос локализованной деформации на характер пластического течения и макромеханические свойства нагруженных образцов).

В случае рекристаллизованных образцов стали 16Х12В2ФТаР наклеп поверхностного слоя, подвергнутого ультразвуковой обработке, приводит к быстрому развитию макролокализации деформации и существенному снижению пластичности материала. В результате ультразвукового воздействия на более прочные образцы (подвернутые закалке и отпуску) эффект повышения прочности оказывается более существенным, но пластичность при этом также снижается (рис. 23, кривая 4).

Тем не менее, можно подобрать режим термомеханической обработки, позволяющей добиться оптимального сочетания высоких прочностных характеристик и пластичности, которые превышают эксплуатационные характеристики данной стали, достигаемые при ее общепринятой обработке (закалка и последующий отпуск). На основе полученных результатов в настоящее время совместно с ВНИИНМ им. А.А. Бочвара готовится патент на способ повышения рабочей температуры малоактивируемой стали 16Х12В2ФТаР, используемой для производства оболочек тепловыделяющих элементов ядерных реакторов.

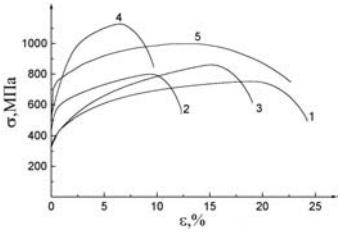

Рис. 23. Кривые “напряжение – деформация” образцов стали 16Х12В2ФТаР, полученные при одноосном статическом растяжении:

1 - рекристаллизованный,
2 – рекристаллизованный + ультразвуковая обработка,
3 - закалка+отпуск,
4 - закалка+отпуск+ультразвуковая обработка,
5 - специальная обработка

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

В работе подробно изучено развитие пластического течения на мезо- и макромасштабных уровнях в поверхностных слоях титана, армко – железа, малоуглеродистой и высоколегированной сталей, а также в сильно неравновесных тонких пленках, напыленных на кремниевую или полипропиленовую подложки. Структурное состояние поверхностного слоя изменяли ультразвуковой обработкой, последующими отжигами, а также наводороживанием (в случае титана).

Использование просвечивающей и растровой электронной, сканирующей туннельной и атомно - силовой микроскопии, оптико-телевизионного измерительного комплекса TOMSC высокого разрешения в сочетании с многоуровневым подходом физической мезомеханики позволили сделать следующие выводы:

1. Поверхностные слои в нагруженном твердом теле являются важным мезоскопическим структурным уровнем пластической деформации, который оказывает существенное влияние на развитие деформации в объеме материала. В основе этого влияния лежит необходимость выполнения условия совместности деформации на границе раздела “поверхностный слой – основной объем материала”. Корректное описание данного эффекта может быть проведено только на основе многоуровневой модели деформируемого твердого тела.
2. Для тонкого равновесного поверхностного слоя его опережающее (по сравнению с объемом материала) пластическое течение вызывает формирование поверхностной складчатой структуры. В зонах сильно выраженной локальной кривизны в складках зарождаются дислокации, уходящие вглубь материала. В данных условиях поверхностный слой является эффективным генератором дислокаций и ускоряет возникновение макролокализации деформации, завершающейся разрушением образца.
3. Если подавить генерацию дислокаций в поверхностном слое, то предел текучести и сопротивление деформации возрастают. При сохранении в объеме материала дислокационных механизмов деформации микромасштабного уровня повышение прочности материала за счет подавления генерации дислокаций в поверхностном слое может сопровождаться возрастанием его пластичности. В высокопрочных материалах в условиях низкой подвижности дислокаций воздействием на тонкий поверхностный слой можно существенно повысить предел текучести и прочность материала, но его пластичность при этом снижается.
4. Деформация в неравновесных высокодефектных поверхностных слоях при растяжении образцов развивается на мезомасштабном уровне путем локализованного пластического течения в виде двойных спиралей переплетающихся мезополос. Деформация внутри мезополос осуществляется сдвигом относительно друг друга экструдируемых вовне ламелей. Такой механизм пластического течения поверхностного слоя задерживает накопление в нем дислокаций, замедляет рост его эффективной толщины и прочностных характеристик. В условиях двухуровневого сопряжения с подложкой это предотвращает развитие макролокализации деформации и снижение пластичности. В результате одновременно увеличиваются как прочность, так и пластичность материала.
5. Новый механизм деформации мезомасштабного уровня в виде распространения двойных спиралей мезополос локализованного пластического течения обнаружен и при растяжении неравновесных металлических пленок, напыленных на полипропиленовую подложку. Это подтверждает заключение о том, что в основе нового механизма деформации лежит эффект сопряжения двух сред на границе раздела “тонкая пленка (поверхностный слой) - подложка”, и для его описания необходимо построение многоуровневой модели деформируемого твердого тела.
6. Распространение одномерной задачи Г.П. Черепанова [10] о пространственной осцилляции нормальных и касательных напряжений на границе раздела двух сред с различными коэффициентами термического расширения на двумерный случай приводит к заключению о “шахматном” распределении напряженно - деформируемого состояния на интерфейсе “тонкая пленка - подложка”. Это подтверждается клеточной структурой металлических пленок, возникающей при диффузионном перераспределении материала неравновесных пленок на кремниевой подложке при повышенных температурах.
7. При знакопеременном изгибе плоских образцов поликристаллического титана ВТ1-0 с наводороженным поверхностным слоем получено прямое экспериментальное подтверждение эффекта “шахматного” распределения пластической деформации в зоне интерфейса “поверхностный слой - подложка”. Теоретические расчеты [12] распределения напряжений и деформаций на границе раздела двух нагруженных сред с различными модулями упругости также привели к заключению о “шахматном” распределении на их интерфейсе напряженно-деформированного состояния.
8. На основе концепции о “шахматном” распределении нормальных и касательных напряжений на границе раздела “неравновесный поверхностный слой (напыленная пленка) - подложка” и теории [11] о нелинейных волнах локализованного пластического течения предложен механизм деформации на мезомасштабном уровне в виде распространения двойных спиралей мезополос экструдированного материала.
9. На стадии предразрушения в упрочненном поверхностном слое деформируемого образца образуется макрогофр в виде стоячей волны, длина которой соизмерима с длиной образца. В месте максимальной амплитуды гофра появляется макроконцентратор напряжений, который формирует шейку, обусловливающую глобальную потерю сдвиговой устойчивости нагруженного образца. Возникающая перед разрушением материала макролокализация пластического течения развивается как самостоятельная стадия. Ведущим механизмом деформации на этой стадии является формирование и самосогласованное развитие двух макрополос локализованной деформации, ориентированных по схеме креста или диполя. Нарушение этого самосогласования обусловливает развитие трещины как поворотной моды деформации и разрушение материала. С инженерной точки зрения макролокализация пластического течения всегда очень опасна.
10. Полосовая фрагментированная субструктура является эффективным барьером для развития сдвиговой деформации на микро- и мезомасштабном уровнях. Данный эффект позволяет рекомендовать полосовую фрагментированную структуру как барьерный подслой при поверхностном модифицировании материалов.
11. На основе многоуровнего подхода разработан принципиально новый метод упрочнения материалов путем создания в них наноструктурных поверхностных слоев с барьерным подслоем. Он обеспечивает увеличение прочности материала с одновременным увеличением его пластичности. Разработанный метод применен для упрочнения ферритно-мартенситной стали 16Х12В2ФТаР, что позволяет существенно повысить ее эксплуатационные характеристики.

Цитируемая литература:

1. Физическая мезомеханика и компьютерное конструирование материалов: В 2-х т. / В.Е. Панин, В.Е. Егорушкин, П.В. Макаров и др. – Новосибирск: Наука. Сибирская издательская фирма РАН, 1995. – Т. 1. – 298 с., Т. 2. – 320 с.
2. Physical mesomechanics of heterogeneous media and computer-aided design of materials / Ed. by V.E. Pain. – Cambridge: Cambridge Interscience Publishing, 1998. – 339 p.
3. Панин В.Е. Синергетические принципы физической мезомеханики // Физическая мезомеханика. - 2000. – Т. 3. - № 6. – С. 5-36.

4. Алехин В.П. Физика прочности и пластичности поверхностных слоев материалов. – М.: Наука, 1983. – 320 с.
5. Zangwill A. Physics of surface.– Cambridge: Cambridge University Press, 1988. – 536 p.
6. Дударев Е.Ф. Микропластическая деформация и предел текучести поликристаллов. – Томск: Издательство Томского университета, 1988. – 256 с.
7. Панин В.Е. Физическая мезомеханика поверхностных слоев твердых тел // Физическая мезомеханика. – 1999. – Т. 2. - № 6. – С. 5-23.
8. Терентьев В.Ф. Усталость металлических материалов. – М.: Наука, 2003. – 248 с.
9. Иванова В.С. Синергетика. Прочность и разрушение металлических материалов. – М.: Наука, 1992. – 160 с.
10. Cherepanov G.P. On the theory of thermal stresses in a thin bonding layer // J. Appl. Phys. – 1995. – V. 78. – P. 6826-6832.
11. Егорушкин В.Е. Динамика пластической деформации. Волны локализованной пластической деформации в твердых телах // Известия вузов. Физика. – 1992. – №4. – С. 19-41.
12. Моисеенко Д.Д., Максимов П.В. Распределение напряжений и деформаций на интерфейсе “поверхностный слой - подложка”: моделирование на основе стохастического подхода // Физическая мезомеханика. – 2005. – Т. 8. – № 6. – С. 89-96.

Основные научные результаты диссертации изложены в следующих публикациях:

1. А.В. Панин, В.А. Клименов, Н.Л. Абрамовская, А.А. Сон. Зарождение и развитие потоков дефектов на поверхности деформируемого твердого тела // Физическая мезомеханика. – 2000. – Т. 3. – № 1. – С. 83-93.
2. A.V. Panin, V.A. Klimenov, N.L. Abramovskaya, A.A. Son. Plastic flow at mesoscale for surface layers // Proceedings of the Third International Conference for Mesomechanics “MESOMECHANICS 2000”, Xi’an, China, June 13-16, 2000. – P. 579-584.
3. Alexey Panin, Alexandra Son. STM-study of mesoband development on the low-carbon steel surface // Proceedings of the 4th Korea-Russia International Symposium on Science and Technology “KORUS 2000”, Part 3 “Machine Parts and Material Processing”, University of Ulsan, Republic of Korea, June 27 – July 1, 2000. – P. 220-224.
4. A.V. Panin, V.A. Klimenov, A.A. Son, M.S. Kazachonok. Mechanisms of propagation of localized plastic-deformation bands in a solid // Proceedings of the 5th Korea-Russia International Symposium on Science and Technology “KORUS 2001”, Russia, Tomsk, June 26 – July 3, 2001. – V. 1. – P. 261-264.
5. А.В. Панин, В.А. Клименов, Ю.И. Почивалов, А.А. Сон. Влияние состояния поверхностного слоя Ст 3 на механизм пластического течения и сопротивление деформации // Физическая мезомеханика. – 2001. – Т. 4. – № 4. – С. 85-92.
6. А.В. Панин, В.Е. Панин, И.П. Чернов и др. Влияние состояния поверхности субмикрокристаллических титана и α-железа на их деформацию и механические свойства // Физическая мезомеханика. – 2001. – Т. 4. – № 6. – С. 87-94.
7. А.В. Панин, А.А. Сон, М.С. Казаченок. Механизм формирования полос локализованной пластической деформации и их влияние на механические характеристики нагруженных твердых тел // Вопросы материаловедения. – 2002. – № 1(29). – С.335-344.
8. Alexey Panin, Ivan Chernov, Vasiliy Klimenov et al. Effect of the surface condition on deformation mechanisms and mechanical properties of loaded solids // Proceedings of International Conference on New Challenges in Mesomechanics “MESOMECHANICS 2002”, Aalborg University, Denmark, August 26-30, 2002. – P. 433-437.
9. А.В. Панин, В.Е. Панин, Ю.И. Почивалов и др. Особенности локализации деформации и механического поведения титана ВТ1-0 в различных структурных состояниях // Физическая мезомеханика. – 2002. – Т. 5. – № 4. – С. 73-84.
10. А.В. Панин, А.Р. Шугуров. Фрактальный анализ поверхностей тонких пленок // В сб. Прикладная синергетика, фракталы и компьютерное моделирование структур / Под ред. А.А. Оксогоева. – Томск: Томский государственный университет, 2002. – С.303-311.
11. Victor E. Panin, Alexey V. Panin, Ruslan Z. Valiev et al. Scale levels of plastic flow and mechanical properties of nanostructured materials // Proceedings of the Conference “Nanomaterials by Severe Plastic Deformation – NANOSPD2”, December 9 – 13, 2002, Vieena, Austria. – P. 37-43.
12. Alexey Panin, Arthur Shugurov, Juergen Schreiber. Fractal analysis of electromigration-induced changes of surface topography in *Au* conductor lines // Surface Science. – 2003. – V. 524. – Issues 1-3. – P. 191-198.
13. А.В. Панин, А.Р. Шугуров, И.В. Ивонин и др. Влияние микроструктуры на механические свойства тонких пленок *Cu* // Физическая мезомеханика. – 2003. – Т. 6. – № 2. – С. 91-98.
14. А.В. Панин, А.Р. Шугуров. Применение фрактального описания для анализа изображений в сканирующей зондовой микроскопии // Поверхность. – 2003. – № 6. – С.64-71.
15. А.В. Панин, А.Р. Шугуров. Влияние термического отжига на рельеф поверхности тонких пленок *Au* // Сборник трудов пятнадцатого Международного симпозиума “Тонкие пленки в оптике и электронике”, 21-26 апреля 2003, Харьков, Украина. – С. 40-44.
16. А.В. Панин, В.А. Клименов, Ю.И. Почивалов и др. Пластическая деформация материалов, подвергнутых ультразвуковой обработке // Сборник научных трудов VI Всероссийской (международной) конференции “ФИЗИКОХИМИЯ УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ (НАНО-) СИСТЕМ”. – М.: МИФИ, 2003. – С.183-188.
17. А.В. Панин, В.А. Клименов, А.А. Сон и др. Особенности пластической деформации субмикрокристаллического α-Fe // Там же. – С. 232-236.
18. А.В. Панин, В.Е. Панин, Ю.И. Почивалов и др. Пластическая деформация образцов субмикрокристаллического титана ВТ1-0 // Там же. – С. 253-257.
19. Alexandra Son, Alexey Panin, Yuri Ivanov, Vladimir Kopylov. Structure and mechanical behavior of submicrocrystalline α-Fe // Proceedings of the 7th Korea-Russia International Symposium on Science and Technology “KORUS 2003”, University of Ulsan, Republic of Korea, June 28 – July 3, 2003. – P. 123-128.
20. A.V. Panin, H.-G. Chun, A.R. Shugurov, S.V. Panin, N.V. Pykhtin. Numerical characterization of current-induced changes in surface morphology of thin *Ag* films // Acta Metallurgica Sinica (English Letters). – 2003. – Vol. 16. – No.4. – P. 249-255.

21. Artur Shugurov, Alexey Panin, Hui-Gon Chun and Konstantin Oskomov. Surface Morhpology, Microstructure and Mechanical Properties of Thin *Ag* Films // Journal of Korean Powder Metallurgy Institute. – V. 10. – No. 3. – 2003. – P. 190-194.
22. A.V. Panin. Scale levels of plastic deformation and fracture of thin films under various actions // Proceedings of the fifth International Conference “Mesomechanics of Computation and Design of Use-specific Materials”, University of Tokyo, Japan, August 26-28, 2003. – P.116-123.
23. А.В. Панин, В.В. Рыбин, С.С. Ушков и др. Влияние водородной обработки на механическое поведение технического титана ВТ1-0, имеющего различное исходное структурное состояние // Физическая мезомеханика. – 2003. – Т. 6. – № 5. – С. 63-71.
24. В.Е. Панин, Л.С. Деревягина, Е.Е. Дерюгин, А.В. Панин и др. Закономерности стадии предразрушения в физической мезомеханике // Физическая мезомеханика. – 2003. – Т. 6. – № 6. – С. 97-106.
25. A.V. Panin, V.A. Klimenov, Yu.I. Pochivalov et al. The effect of ultrasonic treatment on mechanical behavior of titanium and steel specimens // Theoretical and Applied Fracture Mechanics. – 2004. – V. 41. No. 1-3. – P. 163-172.
26. Artur Shugurov, Alexey Panin, Hui-Gon Chun, Konstantin Oskomov. Size effects on the mechanical properties of thin metallic films studied by nanoindentation // Proceedings of the 8th Korea-Russia International Symposium on Science and Technology “KORUS 2004”, V. 3, University of Ulsan, June 26 - July 3, 2004, Tomsk, Russia. – P. 168-172.
27. Panin V.E., Panin A.V., Pochivalov Yu.I. et al. Effect of ultrasonic treatment on mechanical behaviour of ferrite-martensite steel // Proceedings of the 8th Korea-Russia International Symposium on Science and Technology “KORUS 2004”, V. 3, University of Ulsan, June 26 - July 3, 2004, Tomsk, Russia. – P. 172-175.
28. В.Е. Панин, Т.Ф. Елсукова, А.В. Панин и др. Мезоскопические структурные уровни деформации в поверхностных слоях и характер усталостного разрушения поликристаллов при знакопеременном изгибе. Часть I. Мезоскопическая субструктура // Физическая мезомеханика. – 2004. – Т.7. – № 2. – С. 5-17.
29. A.V. Panin, A.R. Shugurov, J. Schreiber, H.-G. Chun. Special features of plastic deformation of thin metal films // Proceedings of the Sixth International Conference for Mesomechanics “MULTISCALING IN APPLIED SCIENCE AND EMERGING TECHNOLOGY. Fundamentals and Applications in Mesomechanics”, May 31 – June 4, 2004, Patras, Greece. – P. 16-22.
30. А.В. Панин, А.А. Сон, Ю.Ф. Иванов, В.И. Копылов. Особенности локализации и стадийности пластической деформации субмикрокристаллического армко-железа с полосовой фрагментированной субструктурой // Физическая мезомеханика. – 2004. – Т. 7. – № 3. – С. 5-16.
31. А.В. Панин. Особенности пластической деформации и разрушения технического титана и малоуглеродистой стали, подвергнутых ультразвуковой обработке // Физика металлов и металловедение. – 2004. – Т. 98. – Вып. 1. – С. 109-118.
32. А.В. Панин, М.С. Казаченок, В.А. Клименов, И.П. Чернов, Р.З. Валиев. Влияние водородной обработки на механические характеристики титана и его сплавов // Сборник докладов Второго международного семинара “Взаимодействие изотопов водорода с конструкционными материалами. IHISM-04". 12 – 17 апреля 2004 г., Саров, Россия. – С. 234-243.
33. А.В. Панин, А.Р. Шугуров, Ю. Шрайбер, К.В. Оскомов. Особенности пластической деформации и разрушения тонких металлических пленок при термическом и механическом нагружении // Физическая мезомеханика. – 2004. – Т. 7. – Спец. выпуск. Ч. 1. – С. 142-145.
34. V.E. Egorushkin, V.E. Panin, A.V. Panin. Non-linear waves of plastic deformation and criteria of quasi-ductile fracture // Физическая мезомеханика. – 2004. – Т. 7. – Спец. выпуск. Ч. 1. – С. 343-346.
35. В.Е. Панин, А.В. Панин. Проблемы мезомеханики прочности и пластичности наноструктурных материалов // Известия вузов. Физика. – 2004. – Т. 47. – № 8. – С. 5-17.
36. А.В. Панин. Механическое поведение наводороженного технического титана ВТ1-0 // Физико-химическая механика материалов. – 2004. – Т. 40. – №6. – С.41-48.
37. Ю.Ф. Иванов, А.В. Панин, А.А. Сон и др. Структурная аттестация армко-железа, подвергнутого РКУ прессованию // Известия вузов. Физика. – 2005. – Т. 48. – № 4. – С. 70-75.
38. А.В. Панин. Нелинейные волны локализованного пластического течения в наноструктурных поверхностных слоях твердых тел и тонких пленках // Физическая мезомеханика. – 2005. – Т. 8. – № 3. – С. 5-17.
39. A.A. Son, A.V. Panin, O.V. Mashkarova, V.I. Kopylov. Mechanism of localized-deformation macroband development in submicrocrystalline armco-iron // Proceedings of the 9th Korean-Russian International Symposium on Science and Technology “KORUS 2005”, Russia, Novosibirsk, June 26 – July 2, 2005. – V. 3. – P. 536-540.
40. В.Е. Панин, А.В. Панин. Эффект поверхностного слоя в деформируемом твердом теле // Физическая мезомеханика. – 2005. – Т. 8. – № 5. – С. 7-15.
41. В.Е. Панин, А.В. Панин, Т.Ф. Елсукова, О.Ю. Кузина. Эффект “шахматной доски” в распределении напряжений и деформаций на интерфейсах в нагруженном твердом теле: экспериментальная верификация и механизмы мезоскопического каналирования // Физическая мезомеханика. – 2005. – Т. 8. – № 6. – С. 97-105.
42. В.Е. Панин, Т.Ф. Елсукова, А.В. Панин, О.Ю. Кузина. Мезосубструктура в поверхностных слоях поликристаллов при циклическом нагружении и ее роль в усталостном разрушении // Доклады Академии Наук. – 2005. – Т. 403. – № 3. – С. 1-6.
43. V.E. Panin, V.E. Egorushkin and A.V. Panin. Mesomechanics of structural materials with nanostructured surface layers // Proceedings of the Seventh International Conference on Mesomechanics “MATERIALS FOR SAFETY AND HEALTH”. – August 1-4, 2005 Montreal, Canada. – P. 231-238.
44. А.В. Панин, А.Р. Шугуров, К.В. Оскомов, А.И. Сидоренко. Мезомеханика поведения тонких пленок *Cu* на подложке при одноосном растяжении и термическом отжиге. Многоуровневый подход // Физическая мезомеханика. – 2005. – Т. 8. – № 4. – С. 27-35.
45. М.С. Казаченок, А.В. Панин, Ю.Ф. Иванов и др. Влияние термического отжига на механическое поведение технического титана ВТ1-0, имеющего субмикрокристаллическую структуру в поверхностном слое или в объеме материала // Физическая мезомеханика. – 2005. – Т. 8. – № 4. – С. 37-44.

46. В.Е. Панин, А.В. Панин. Масштабные уровни пластической деформации и разрушения наноструктурных материалов // Нанотехника. – 2005. – Т. 3. – С. 28-42.

47. А.В. Панин, А.Р. Шугуров, К.В. Оскомов. Исследование механических свойств тонких пленок *Ag* на кремниевой подложке методом наноиндентирования // Физика твердого тела. – 2005. – Т. 47. – № 11. – С.1973-1977.

47. А.В. Панин, А.Р. Шугуров, К.В. Оскомов. Исследование механических свойств тонких пленок *Ag* на кремниевой подложке методом наноиндентирования // Физика твердого тела. – 2005. – Т. 47. – № 11. – С.1973-1977.