

Эволюция дефектной структуры при испытаниях в режиме ползучести ультрамелкозернистых металлов и сплавов, полученных методами интенсивной пластической деформации

© В.И. Бетехтин, А.Г. Кадомцев, М.В. Нарыкова[†]

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,
Санкт-Петербург, Россия

[†] E-mail: Maria.Narykova@mail.ioffe.ru

Поступила в Редакцию 2 октября 2019 г.

В окончательной редакции 2 октября 2019 г.

Принята к публикации 2 октября 2019 г.

Методами малоуглового рентгеновского рассеяния, электронной микроскопии и измерения плотности выявлены структурные факторы, ведущие к снижению механостабильности ультрамелкозернистых (УМЗ) металлов и сплавов при их испытании в режиме ползучести при повышенных температурах. Установлено, что одним из важных факторов являются нанопоры, образовавшиеся при интенсивной пластической деформации. Развитие этих нанопор, в формирующихся в процессе ползучести границ зерен, реализуется диффузионным механизмом и ведет к разрушению. Рассмотрена роль дисперсных включений и большеугловых границ зерен для прочности УМЗ-металлов и сплавов при их „кратковременном“ и длительном нагружении.

Ключевые слова: ползучесть, долговечность, нанопоры, ультрамелкозернистые металлы, сплавы.

DOI: 10.21883/FTT.2020.02.48878.603

1. Введение

Выявление особенностей дефектной структуры и механических свойств ультрамелкозернистых (УМЗ) металлов и сплавов, полученных методами интенсивных пластических деформаций (ИПД), является одним из перспективных направлений современного материаловедения [1–4]. В процессе ИПД формируются те особенности дефектной структуры (ультраразмерные зерна с высокой разориентацией; повышенная плотность дислокаций; вакансий и их комплексов — нанопор, локализующихся, в основном, в границах зерен), которые и определяют высокие механические свойства УМЗ-металлических материалов. При этом отмеченные особенности дефектной структуры могут по-разному влиять на механические свойства при кратковременном (предел прочности и текучести, микротвердость) и длительном (долговечность при ползучести и усталости) нагружении: рост предела прочности и микротвердости после ИПД может в ряде случаев сопровождаться снижением долговечности [5–8].

Действительно, полученные при ИПД металлические УМЗ-материалы (особенно их границы зерен) находятся в нестабильном, неравновесном состоянии [9–11] и при длительном механическом и тепловом воздействии могут терять свои высокие прочностные свойства. С учетом вышесказанного изучение эволюции дефектной структуры УМЗ-металлов и сплавов при длительном нагружении и повышенной температуры имеет важное значение для понимания физических механизмов деструктивных процессов, определяющих долговечность и, следовательно, эксплуатационный ресурс УМЗ-материалов.

В данной работе будет рассмотрено влияние эволюции дефектной структуры, особенно нанопористости, сформировавшейся при ИПД, на долговечность некоторых металлов и сплавов при их длительном испытании в режиме ползучести при повышенной температуре. При анализе вклада „исходной“ (образовавшейся после ИПД) нанопористости в долговечность предполагается также учесть результаты более ранних работ [11–15].

2. Материал и методики измерения

В качестве материала для исследования использовались в основном титан марки ВТ1-0, а также Al (99.99%) и его сплав Al + 0.2 wt.% Sc. Сплав Al после термообработки содержал частицы второй фазы Al₃Sc размером ≈ 5–8 nm [5]. ИПД проводилась двумя методами. Равноканальным угловым прессованием (РКУП) с разным числом проходов (от 1 до 12) и поворотом на 90° после каждого прохода, либо при комнатной температуре, либо (для титана) при 673 К. Для титана использовалась также ИПД по отработанному в [15,16] режиму винтовой и продольной прокатки (ВПП) при 673 К.

Длительные нагружения УМЗ-металлов и сплавов проводились в режиме ползучести при постоянстве в процессе растяжения каждого образца напряжения и температуры 673 К; при этой температуре проводились ранее испытания в режиме ползучести УМЗ-титана [7,8,11] и имелась поэтому возможность сопоставительного анализа данных нашей работы с полученными ранее результатами.

Определение плотности и ее изменение как после ИПД, так и после испытания в режиме ползучести проводилось с помощью прецизионного метода гидростатического взвешивания, относительная погрешность измерений не превышала 10^{-4} . Наблюдаемое разуплотнение (после ИПД и после испытания в режиме ползучести) служило характеристикой интегрального объема повреждений, образовавшихся при деформации.

Модифицированным методом рентгеновского рассеяния (МРР) в области сверхмалых углов определялись размеры неоднородностей электронной плотности (поры и частицы второй фазы наноразмеров). Для идентификации природы этих неоднородностей и оценке после этого их концентрации изучались МРР и плотность до и после воздействия на образцы высокого (~ 1.5 GPa) гидростатического давления [5,17], которое интенсивно влияет именно на неоднородности пониженной плотности (нанопоры) за счет их залечивания.

Структурные исследования для определения размеров зерен проводились с помощью просвечивающей (Philips CM12) и сканирующей (JEOL 6466) электронной микроскопии с использованием обратного электронного рассеяния для измерения распределения зерен по разориентации.

Ряд структурных исследований и испытаний в режиме ползучести проводились в ИФМ (Брно, ЧР), с сотрудниками которого (V. Sklenicka, J. Dvorak, P. Kral и M. Svoboda) авторы вели совместные работы по изучению эволюции дефектной структуры в процессе ползучести крупнозернистых и УМЗ-металлов [5,7,8,11,14,17–20].

3. Экспериментальные данные и их обсуждения

Прежде чем переходить к рассмотрению полученных в данной работе результатов отметим, что общие закономерности влияния ИПД при РКУП на ползучесть и долговечность ряда металлов и сплавов были детально изучены в работах V. Sklenicka et al [18,21–24], а в [17] методом МРР и измерения плотности было впервые обнаружено образование при РКУП алюминия нанопор размером $\approx 15–25$ nm. Позднее, в [25] методом малоуглового нейтронного рассеяния и электронной микроскопии было также зафиксировано образование при РКУП титана нанопор размером в десятки нанометров. Наличие нанопор после разных методов ИПД в настоящее время выявлено в ряде работ [7,8,18,25–31].

В данной работе будут рассмотрены экспериментальные результаты исследований, подтверждающие роль нанопор, образовавшихся при ИПД, как одного из важных дефектов, снижающих долговечность УМЗ-металлов и сплавов при их длительном нагружении в режиме ползучести при повышенных температурах.

Наиболее детально была изучена эволюция повреждаемости, а также размера зерен в процессе испыта-

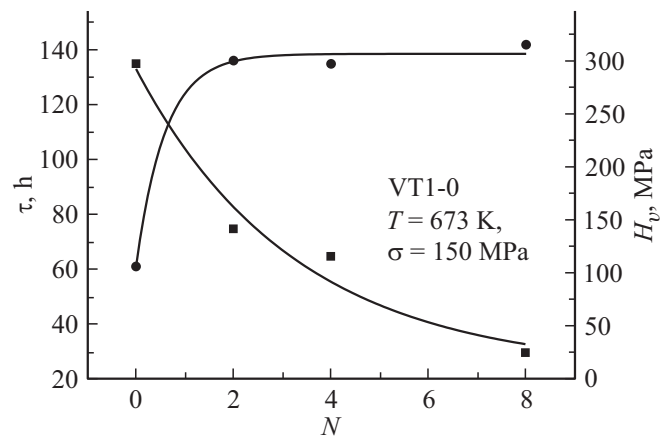


Рис. 1. Зависимость долговечности и микротвердости от числа проходов N при РКУП для VT1-0.

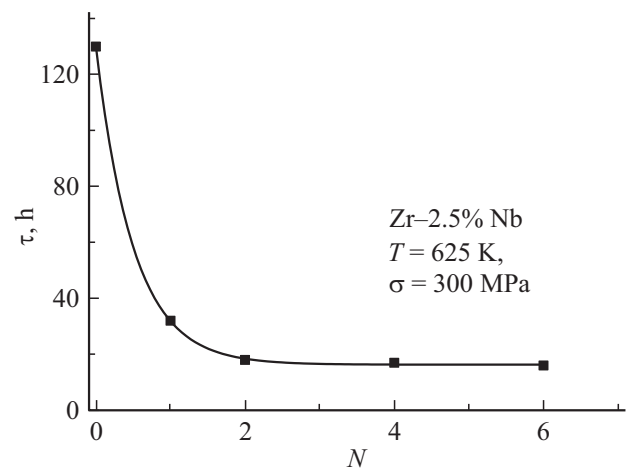


Рис. 2. Зависимость долговечности от числа проходов N при РКУП для Zr-2.5% Nb. Данные по Zr-2.5% Nb из [6].

ния на долговечность в режиме ползучести образцов УМЗ-титана, приготовленных методами РКУП и ВПП. Уже при исследовании этих образцов ярко проявилось различное влияние ИПД на характеристики механических свойств УМЗ-титана при „кратковременном“ (микротвердость) и длительном (долговечность при ползучести) нагружении.

Последнее наглядно видно из данных рис. 1, на котором показана зависимость микротвердости и долговечности от степени ИПД (числа проходов при РКУП). Видно, что с ростом числа проходов микротвердость увеличивается (особенно резко после первых проходов), а долговечность УМЗ-титана непрерывно падает и уже после первых проходов становится даже меньше, чем для „исходного“ (до РКУП) крупнозернистого состояния.

Отметим, что негативное влияние числа проходов при РКУП на долговечность при высокотемпературной (673 K) ползучести наблюдалось также для сплава Zr + 2.5% Nb [6], рис. 2.

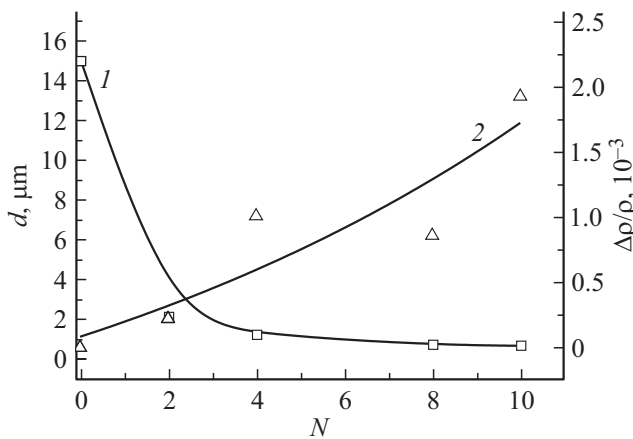


Рис. 3. Зависимость размера зерна d (1) и величины разуплотнения $\Delta\rho/\rho$ (2) от числа проходов N при РКУП для ВТ1-0.

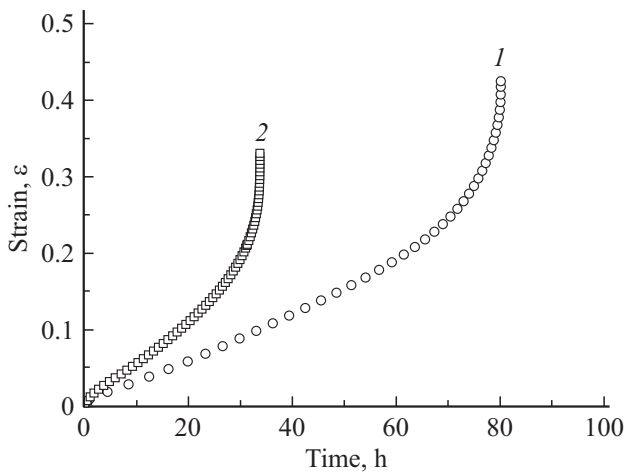


Рис. 4. Кривые ползучести ВТ1-0: 1 — после ВПП, 2 — после РКУП (8 проходов). Испытания выполнены при $T = 673$ К и $\sigma = 150$ МПа.

Рассмотрим возможные причины сложного влияния ИПД на механические свойства УМЗ-металлических материалов. На рис. 3 показана зависимость от числа проходов размера зерен и степени разуплотнения (относительного дефекта плотности) для тех же образцов УМЗ-титана, данные по которым были приведены на рис. 1. Из сравнения рис. 1 и 3 можно сделать вывод, что рост микротвердости обусловлен, очевидно, уменьшением размера зерен, а уменьшение долговечности коррелирует с увеличением после РКУП (до испытания на ползучесть) величины дефекта плотности. Связь долговечности с величиной образовавшегося при ИПД разуплотнения наглядно видно также из данных рис. 4. Так для образцов, приготовленных методом РКУП величина разуплотнения составляла $\approx 1.5 \cdot 10^{-3}$, а для приготовленных методом ВПП $\approx 6 \cdot 10^{-4}$. Видно, что чем меньше „исходное“ (после ИПД) разуплотнение, тем больше долговечность. Ранее было показано, что величина разуплотнения (относительный дефект плот-

ности) после РКУП обусловлена, в основном, образованием нанопор размером в десятки нанометров [17]. Это позволило предполагать, что образующиеся при ИПД нанопоры (практически не влияя на прочность при „кратковременном“ нагружении), являются „очагами“ развития разрушения при длительном нагружении в условиях ползучести [5,17].

Для подтверждения этого вывода в данной работе методами денситометрии, электронной микроскопии и МРП было проведено комплексное исследование эволюции при ползучести образцов УМЗ-титана как повреждаемости (общего объема разуплотнения, а также нано и микропористости), так и размера и разориентации зерен. Предполагалось, что анализ всех полученных данных позволит выявить физический механизм влияния „исходной“ (после ИПД) нанопористости на развитие разрушения и долговечность при длительном нагружении в исследованном режиме ползучести.

Рассмотрим типичные результаты комплексного исследования эволюции повреждаемости и параметров зеренной структуры в процессе ползучести образцов УМЗ-титана, полученного методом ВПП. Испытания в режиме ползучести проводились при $T = 673$ К и напряжениях 150 МПа (рис. 4); в работе были также детально исследованы образцы, испытанные при 673 К и напряжениях 100 и 200 МПа.

Для этих образцов в „исходном“ (после РКУП) состоянии и после их испытания в указанном режиме ползучести (при долговечности ≈ 80 часов), методом МРП была проведена оценка параметров нанопор.

На рис. 5 приведены зависимости интенсивности рассеяния I от угла рассеяния ϕ для „исходных“ образцов и тех же образцов титана после их испытания на долговечность. Видно, что эти зависимости заметно отличаются: после испытания интенсивность рассеяния, связанная с концентрацией неоднородностей [32] существенно меньше.

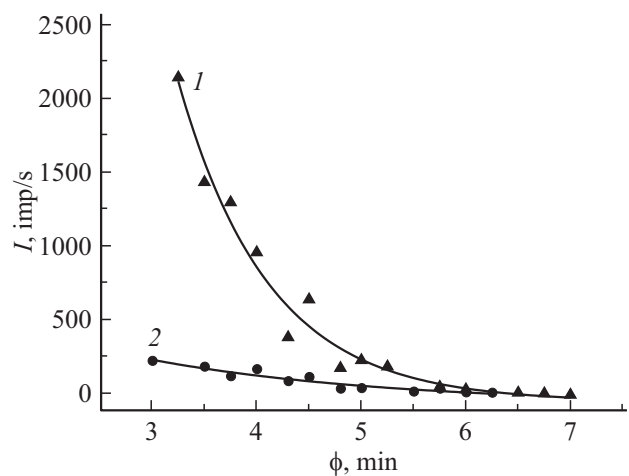


Рис. 5. Зависимость интенсивности I рентгеновских лучей от угла рассеяния ϕ для УМЗ-титана до (1) и после (2) испытаний на ползучесть.

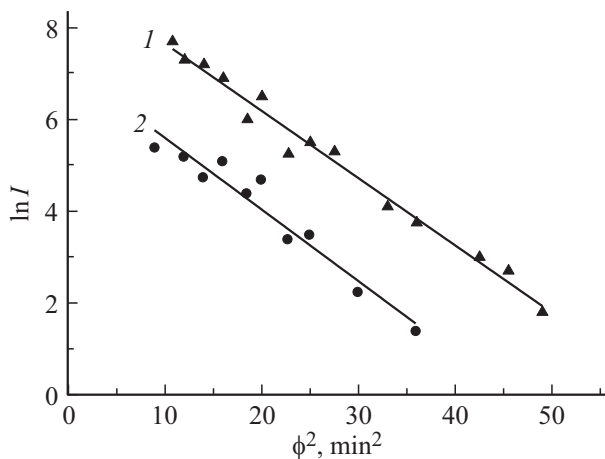


Рис. 6. Зависимость интенсивности I рентгеновских лучей от угла рассеяния φ для УМЗ-титана до (1) и после (2) испытаний на ползучесть в координатах $\ln I(\varphi)$.

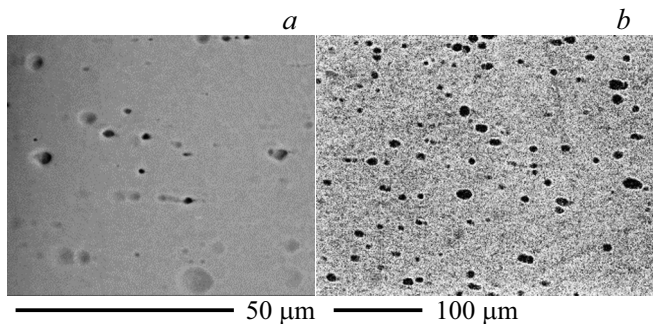


Рис. 7. Микропоры, образовавшиеся в образцах УМЗ ВТ1-0 (а) и УМЗ-сплава Al+0.2%Sc (b) после испытания на долговечность при растяжении в режиме ползучести.

Для определения размеров и концентрации образующихся при ИПД неоднородностей, которые, как показано ранее [17], являются нанопорами, полученные данные МРР перестраивались в координатах $\ln I - \varphi^2$ (рис. 6). Размер неоднородностей определялся согласно [32] из тангенса угла наклона прямых в координатах $\ln I - \varphi^2$, а экстраполяция полученных прямых к нулевому углу, давала возможность оценить концентрацию нанопор. Проведенные оценки показали, что средний размер зафиксированных нанопор до и после испытания на долговечность в пределах точности измерения одинаков и составляет ≈ 25 nm (прямые в координатах $\ln I - \varphi^2$ практически параллельны). Это значение согласуется с данными, полученными для УМЗ-металлов, в том числе титана, ранее [11].

В отличие от размера нанопор, их концентрация (связанная с интенсивностью МРР) после разрушения при ползучести заметно уменьшается (рис. 5). Оценки показали, что если в „исходном“ (после ИПД) состоянии концентрации $1.5 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-3}$, то после ползучести она $\approx 10^{10} \text{ cm}^{-3}$, т.е. практически на порядок меньше.

При трактовке этого результата необходимо учесть, что использованный метод МРР не позволяет (в силу методических особенностей) фиксировать неоднородности размером в сотню и более нанометров. О том, что в процессе длительного нагружения в режиме ползучести такие более крупные несплошности образуются, свидетельствуют полученные в работе данные измерения разуплотнения. Так, для рассмотренных выше образцов УМЗ-титана „исходная“ (до испытания на ползучесть) пористость составляет $6 \cdot 10^{-4}$, а после разрыва она $\approx 9 \cdot 10^{-3}$, т.е. почти на 2 порядка больше.

Действительно данные электронной микроскопии показали, что в процессе ползучести изучаемых в работе образцов титана образуются микропоры размером $\approx 2 \mu\text{m}$ и более (рис. 7).

Таким образом, полученные данные свидетельствуют о том, что в процессе длительных испытаний в режиме ползучести концентрация фиксируемых методом МРР нанопор уменьшается почти на порядок и при этом образуются более крупные микропоры. Оценки показали, что количество микропор соизмеримо с числом „исчезнувших“ (не фиксируемых МРР) нанопор.

Рассмотренные данные дают основание полагать, что рост этих „исчезнувших“ нанопор и привел к образованию микропор. В этом случае возникает естественный вопрос — почему интенсивно растет только небольшая часть образовавшихся при ИПД нанопор. Информация, позволяющая прояснить этот вопрос, была получена после изучения эволюции в процессе ползучести при повышенной температуре размера зерен УМЗ-титана. Электронномикроскопические исследования показали, что после ВПП средний размер зерен в изучаемых в работе образцах титана ≈ 200 nm (рис. 8). После разрыва при испытании в режиме ползучести средний размер зерен оказался $\approx 1.5 \mu\text{m}$, при этом наблюдались и более крупные зерна (рис. 8, b). Следовательно, в процессе испытания размер зерен увеличился примерно на порядок; последнее привело к пропорциональному уменьшению площади границ зерен. Это обстоятельство, с учетом данных о нано и микропорах, дает основание полагать, что в микропоры развиваются только те нанопоры, которые остались на образовавшихся после рекристаллизации, границах. Очевидно, что после ИПД большинство нанопор (как и дислокаций, и неравновесных вакансий) локализируются в границах нано и субмикроструктурных зерен. В процессе ползучести при повышенных температурах неравновесное состояние УМЗ-границ способствует их рекристаллизационному росту. (Отметим, что влияние неравновесного состояния границ зерен, которое и способствует их рекристаллизационному росту, наглядно видно при сравнении данных для обычного крупнозернистого титана, испытанного в том же режиме; размер зерен в этом случае практически не изменяется, рис. 9). Очевидно, что большая часть образовавшихся при ИПД нанопор оказывается при этом не на границах, а в объеме зерен; эти нанопоры практически не растут (или очень мало меняют свои

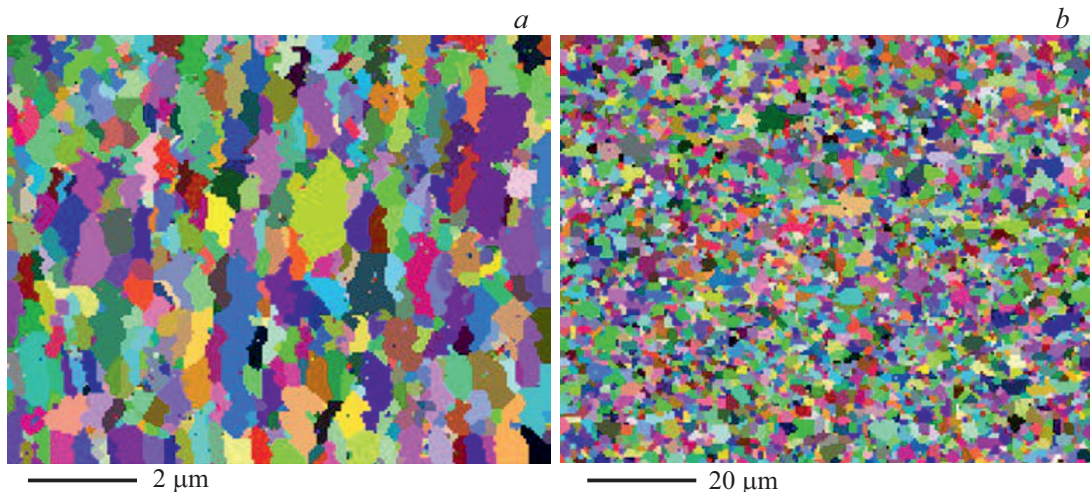


Рис. 8. Данные EBSD для VT1-0 в УМЗ–состоянии до (a) и после (b) испытания на ползучесть при $T = 673$ К и $\sigma = 100$ МПа, $t = 1948$ h.

размеры). В то же время нанопоры, оставшиеся в границах интенсивно растут диффузионным механизмом. Этому способствует на порядки более высокая скорость диффузии в границах зерен по сравнению с объемом зерен [33]. Диффузионный механизм роста пор таких малых размеров представляется естественным [34]. При этом наряду с интенсивным диффузионным процессом развития пор возможно и их частичное залечивание, однако процесс увеличения размеров при исследованном режиме ползучести преобладает [35].

Нельзя, вероятно, исключить и влияние на переход нанопор в микропоры процесса зернограницного проскальзывания, однако диффузионный механизм роста пор с учетом рассмотренных выше аргументов, представляется более обоснованным.

Рассмотренные на примере УМЗ-титана закономерности изменения в процессе ползучести при повышенной температуре эволюции дефектной структуры носят, очевидно, достаточно общий характер. Действительно, качественно аналогичные данные были получены для Al и сплава Al + 0.2 wt.% Sc. В [5,17] было показано, что размер зерен после РКУП в алюминии был $\approx 1 \mu\text{m}$, а в сплаве Al-Sc $\approx 0.7 \mu\text{m}$. В результате ползучесть при 473 К и напряжении 15 МПа (Al) и 20 МПа (Al-Sc) размер зерен вырос на порядок и более (до $\approx 8\text{--}20 \mu\text{m}$) [5,17,18,21–24]. Проведенные в нашей работе методом МРР исследования показали, что средний размер нанопор ($\approx 15\text{--}25$ nm) в процессе ползучести алюминия практически не изменился, а их концентрация уменьшилась с $5 \cdot 10^{10} \text{ cm}^{-3}$ в „исходном“ (после РКУП) состоянии, до $\approx 2 \cdot 10^9 \text{ cm}^{-3}$ (после испытания в режиме ползучести). При этом величина разуплотнения алюминия после ползучести увеличилась с $\approx 4 \cdot 10^{-3}$ до $\approx 10^{-2}$. Электронномикроскопические исследования зафиксировали, как и в титане, образование в процессе ползучести микропор размером от одного и более микрон (рис. 7).

Значения долговечности крупнозернистых („исходных“) и УМЗ-Al, Cu и их сплавов после испытания в режиме ползучести и разного числа проходов при РКУП

Материал	Долговечность, hour		
	До РКУП	После 1 прохода РКУП	После 8–12 проходов РКУП
Al	4	1070	60
Al–Sc	900	1400	7
Cu	6	450	40
Cu–Zr	25	225	9

Таким образом, данные для УМЗ-алюминия и его сплава также свидетельствуют о том, что образовавшиеся при ИПД нанопоры, оставшиеся на границах зерен, развиваются в микропоры, т.е. являются „очагами“ развития разрушения в процессе ползучести при повышенной температуре.

Результаты изучения влияния РКУП на титан VT1-0 и сплав Zr–Nb (рис. 1, 2) свидетельствуют о том, что уже после первого прохода и перевода указанных материалов в УМЗ-состояние их механическая стабильность (долговечность) при испытании в режиме ползучести при повышенных температурах падает; с увеличением числа проходов этот негативный эффект увеличивается.

Анализ наших и литературных данных, однако показывает, что характер влияния степени ИПД (числа проходов при РКУП) на долговечность при испытании УМЗ-металлов в режиме ползучести носит более сложный характер [5,21–24].

После первого прохода и перевода в УМЗ-состояние долговечность ряда металлов и сплавов существенно растет, но лишь с увеличением числа проходов падает иногда даже ниже „исходного“ (до ИПД) состояния. В таблице приведены значения долговечности Al

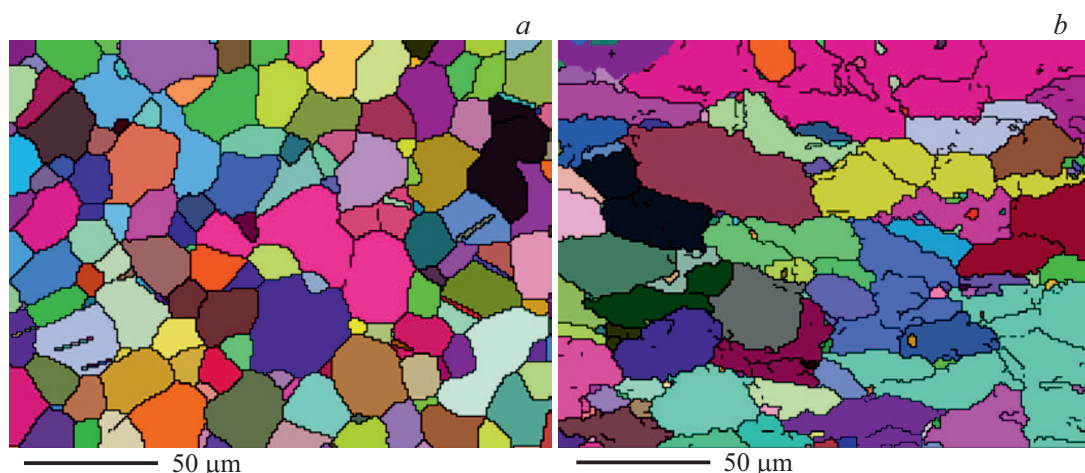


Рис. 9. Размер зерна VT1-0 (исходное крупнозернистое состояние) до (1) и после (2) испытаний на ползучесть при $T = 673$ К и $\sigma = 150$ МПа.

(99.99%) и сплава Al + 0.2% Sc, которые испытывались в режиме ползучести при 473 К и напряжении 15 МПа (Al) и 20 МПа (Al–Sc) в исходном (до РКУП) состоянии и после 1 и 12 проходов при РКУП. В эту же таблицу включены данные по долговечности Cu (99.99%) и сплава Cu + 0.2% Zr, которые испытывались в режиме ползучести при 473 К и напряжении 80 МПа (Cu) и 673 К и напряжении 150 МПа (Cu–Zr). (Отметим, что сплав Cu–Zr содержал дисперсные частицы Cu_9Zr_2 , размером 10–50 nm [21–24], а сплав Al–Sc, как уже отмечалось, частицы Al_3Sc). Обращает на себя внимание, что хотя характер влияния степени ИПД на долговечность исследованных металлов и сплавов одинаков, количественные и даже качественные изменения долговечности у чистых УМЗ-металлов и их сплавов, содержащих дисперсные включения, существенно отличаются.

Действительно, как видно из таблицы, первый проход при РКУП ведет к существенному росту долговечности, но этот эффект у чистых металлов практически на порядок больше, чем у сплавов, содержащих наноразмерные включения. Последнее можно связать с тем, что разуплотнение в сплавах, связанное с повреждениями типа нанопор после ИПД значительно больше, чем в чистых металлах. Так, после первого прохода при РКУП разуплотнение в чистом Al $\approx 2.5 \cdot 10^{-3}$, а в сплаве Al + 0.2 wt.% Sc $\approx 5.5 \cdot 10^{-3}$. Как уже отмечалось в [5,11] наноразмерные включения могут быть источником образования при ИПД высоких внутренних локальных напряжений, ведущих к образованию несплошностей. Микроскопические исследования, проведенные на сплаве Al–Mg (например, Al–6.5% Mg–0.6% Mn) показали, что после ИПД образуются поры и микротрещины, которые локализуются, в основном, в частицах второй фазы и на межфазных границах этих частиц. Образование этих несплошностей заметно влияет на развитие разрушения УМЗ-сплава [36,37]. Следует отметить, что наряду с негативной ролью включений в развитие нанопор и тре-

щин при ИПД, наличие дисперсных включений оказывает стабилизирующее влияние на границы УМЗ-сплавов и их механические свойства при многих режимах их „кратковременного“ и длительного нагружения [8].

Из таблицы видно, что после 12 проходов при РКУП долговечность чистых УМЗ-металлов остается еще выше „исходной“, а долговечность УМЗ-сплавов становится в разы меньше, чем долговечность этих же сплавов в крупнозернистом состоянии.

Аналогичное негативное влияние на развитие разрушения при длительном нагружении УМЗ-металлов и сплавов оказывает увеличение при РКУП доли большеугловых ($\varphi > 15^\circ$) границ, которые, как и частицы включений могут быть источниками высоких (образующихся при ИПД) локальных напряжений и способствовать развитию повреждаемости в процессе ползучести. Так для изучаемого в данной работе УМЗ-титана при переходе от 2 к 8 проходам РКУП она увеличилась с 30 до 59%. Отметим, что увеличение доли большеугловых границ, также, как и уменьшение размеров зерен, с ростом степени ИПД (например, числа проходов РКУП) ведет к росту характеристик прочности при „кратковременном“, но негативно влияет при длительном нагружении. Вклад нанопористости и доли большеугловых границ в характеристик прочности при „кратковременном“ и длительном нагружении рассмотрены в [19,20].

Таким образом, анализ рассмотренных случаев влияния РКУП на долговечность металлов и сплавов подтверждает вклад образования нанопористости в снижении механостабильности УМЗ-металлических материалов при их испытании в режиме ползучести и повышенной температуре. С учетом рассмотренных выше данных о влиянии числа проходов при РКУП на долговечность можно полагать, что снижение долговечности в титане VT1-0 и сплаве Zr + 2.5 wt.% Nb уже после первого прохода (рис. 1,2) обусловлено, очевидно интенсивностью образования нанопористости за счет их генерации

при ИПД на имеющихся включениях. Этот эффект нивелирует рост долговечности за счет образования УМЗ-структуры.

4. Заключение

Установлено, что образовавшиеся при ИПД нанопоры являются „очагами“ развития микроразрушения в процессе ползучести УМЗ-металлов и сплавов при повышенных температурах.

Увеличение размеров нанопор происходит диффузионным механизмом, при этом интенсивно растут только те нанопоры, которые остались в границах зерен.

Анализируются особенности влияния числа проходов при РКУП на долговечность УМЗ-металлов и сплавов, содержащих дисперсные включения, на их долговечность при длительном нагружении в режиме ползучести.

Финансирование работы

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект № 19-12-00221).

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] М. Сегал, В.И. Резников, А.Е. Дробышевский, В.И. Копылов. Изв. АН СССР, Металлы **1**, 115 (1981).
- [2] M. Gleiter. Nanostruct. Mater. **1**, 1 (1992).
- [3] Р.А. Андреевский, А.М. Глезер. УФН **179**, 4, 337 (2009).
- [4] Р.З. Валиев, К.В. Александров. Наноструктурные металлы, полученные интенсивной пластической деформацией. Логос, М. (2002). 272 с.
- [5] В.И. Бетехтин, V. Sklenicka, I. Saxl, Б.К. Кардашев, А.Г. Кадомцев, М.В. Нарыкова. ФТТ **52**, 8, 1517 (2010).
- [6] М. Kvapilova, V.I. Kopylov, S.A. Nikulin, S.V. Dobatkin. Acta Phys. Polonica A **122**, 477 (2012).
- [7] В.И. Бетехтин, J. Dvorak, А.Г. Кадомцев, Б.К. Кардашев, М.В. Нарыкова, Г.К. Рааб, V. Sklenicka, С.Н. Фаизова. ПЖТФ **41**, 2, 58 (2015).
- [8] В.И. Бетехтин, Ю.Р. Колобов, V. Sklenicka, А.Г. Кадомцев, М.В. Нарыкова, J. Dvorak, Б.К. Кардашев. ЖТФ **85**, 1, 66 (2015).
- [9] R.A. Andrievski, A.V. Khatchoyan. Nanomaterials in Extreme Environments. Fundamentals and Applications. Springer Int. Publ., Switzerland (2016). 107 p.
- [10] Р.А. Андриевский. Успехи химии **83**, 4, 365 (2014).
- [11] В.И. Бетехтин, V. Sklenicka, А.Г. Кадомцев, Ю.Р. Колобов, М.В. Нарыкова. ФТТ **59**, 5, 535 (2017).
- [12] M. Kawasaki, V. Sklenicka, T.G. Langdon. J. Mater. Sci. **45**, 271 (2010).
- [13] В.Ф. Терентьев, С.В. Добаткин, С.А. Никулин, В.И. Копылов, С.О. Рогачев, И.О. Баньных. Деформация и разрушение материалов **8**, 26 (2010).
- [14] J. Dvorak, V. Sklenicka, V.I. Betekhtin, A.G. Kadomtsev, P. Kral, M. Svoboda. Mater. Sci. Eng. A **584**, 103 (2013).
- [15] В.И. Бетехтин, Ю.Р. Колобов, М.В. Нарыкова, Е.В. Голосов, Б.К. Кардашев, А.Г. Кадомцев. ЖТФ **81**, 11, 58 (2011).
- [16] Yu.R. Kolobov. Nanotechnologies in Russia **4**, 11–12, 758 (2009).
- [17] V.I. Betekhtin, A.G. Kadomtsev, V. Sklenicka, I. Saxl. ФТТ **10**, 1787 (2007).
- [18] J. Dvorak, V. Sklenicka, V.I. Betekhtin, A.G. Kadomtsev, P. Kral, M. Kvapilova, M. Svoboda. Mater. Sci. Eng. A **584**, 103 (2013).
- [19] В.И. Бетехтин, А.Г. Кадомцев, V. Sklenicka, М.В. Нарыкова. ПЖТФ **37**, 20, 75 (2011).
- [20] V. Sklenicka, V.I. Betekhtin, A.I. Petrov, A.G. Kadomtsev, K. Kucharova. Scripta Mater. **25**, 2159 (1991).
- [21] V. Sklenicka, J. Dvorak, M. Svoboda. Mater. Sci. Eng. A **387–389**, 696 (2004).
- [22] V. Sklenicka, J. Dvorak, P. Kral, Z. Stronawska, M. Svoboda. Mater. Sci. Eng. A **410–411**, 408 (2005).
- [23] I. Saxl, V. Sklenicka, L. Ilusova, M. Svoboda, J. Dvorak, P. Kral. Mater. Sci. Eng. A **503**, 82 (2009).
- [24] V. Sklenicka, J. Dvorak, P. Kral, M. Svoboda, M. Kvapilova, T.G. Langdon. Mater. Sci. Eng. A **558**, 403 (2012).
- [25] R. Lapovok, D. Tomus, J. Mang, Y. Estin, T.C. Lowe. Acta Mater. **57**, 2909 (2009).
- [26] J. Ribbe, G. Schmitz, D. Gundarev, Y. Estin, Y. Amouyal, S.V. Divinski. Acta Mater. **61**, 5477 (2013).
- [27] S.V. Divinski, G. Reglitz, I.S. Golovin, M. Peterlechner, R. Lapovok, Y. Estin, G. Wilde. Acta Mater. **82**, 11 (2015).
- [28] В.Н. Перевезенцев, А.С. Пупынин, А.Е. Огородников. ЖТФ **88**, 10, 1539 (2018).
- [29] J. Čizek, M. Janecek, O. Sbra, R. Kuzel, Z. Barnovska, I. Prochazka, S.V. Dobatkin. Acta Mater. **59**, 2322 (2011).
- [30] В.В. Мишакин, В.Н. Перевезенцев, М.Ю. Щербань, В.А. Клошников, Т.А. Грачева, Т.А. Кузьмичева. Дефектоскопия **6**, 57 (2015).
- [31] S.V. Divinski, G. Reglitz, H. Rosner, Y. Estrin, G. Wild. Acta Mater. **59**, 1974 (2011).
- [32] A. Guinier, G. Fournet. S-mall-Angle Scattering of X-rays. J. Willey, N.Y. (1955).
- [33] Yu.R. Kolobov, G.P. Grabovetskaya, M.B. Ivanov, A.R. Zhilyaev, R.Z. Valiev. Scripta Mater. **44**, 873 (2001).
- [34] D.A. Miller, T.G. Langdon. Metallurg. Trans. A **10**, 1969 (1979).
- [35] П.Г. Черемской, В.В. Слезов, В.И. Бетехтин. Поры в твердом теле. Энергоатомиздат, М. (1990). 345 с.
- [36] М.В. Markushev, M.Y. Murashkin. Mater. Sci. Eng. A **367**, 1–2, 234 (2004).
- [37] М.В. Маркушев. Материалы Межд. конф. „Прочность и разрушение материалов и конструкций“. Оренбург (2008). Т. 1. С. 162.

Редактор Т.Н. Василевская