

Mục lục

1. Đặc điểm và tính chất của vật liệu cấu trúc nano sau biến dạng dẻo mảnh liệt	2
2. Các kỹ thuật của phương pháp biến dạng dẻo mảnh liệt tạo vật liệu thể khối đạt cấu trúc hạt nano	5
3. Các vật liệu khối đạt cấu trúc nano sau khi biến dạng dẻo mảnh liệt.....	7
4. Kết luận	15
TÀI LIỆU THAM KHẢO.....	16

BÁO CÁO HỌC THUẬT CẤP BỘ MÔN

NĂM HỌC 2018 - 2019

Đề tài: Tìm hiểu các vật liệu khối đạt cấu trúc nano sau khi biến dạng dẻo mãnh liệt

1. Đặc điểm và tính chất của vật liệu cấu trúc nano sau biến dạng dẻo mãnh liệt

Vật liệu khối có cấu trúc nano (Nanostructured Materials- NSM) và biên giới hạt của chúng có vai trò quan trọng trong việc thay đổi tính chất, cơ tính của vật liệu so với vật liệu thông thường.

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{-\frac{1}{2}} \quad (1.1)$$

Trong đó: σ_y - Là giới hạn chảy của vật liệu,

σ_0 - Ứng suất ban đầu của vật liệu

k_y - Là hằng số liên quan đến cấu trúc của biên giới hạt

d - Kích thước hạt.

Từ công thức (1.1) cho ta thấy, nếu vật liệu có kích thước hạt càng nhỏ thì độ bền của vật liệu càng cao. Từ đó, ta có thể sử dụng vật liệu vào các mục đích khác nhau cho hiệu quả kinh tế rất lớn.

Trong vài năm gần đây, những vật liệu dạng khối cấu trúc hạt NSM được chế tạo bằng phương pháp biến dạng dẻo mãnh liệt (Severe plastic deformation - SPD) đã thu hút sự quan tâm của nhiều chuyên gia về khoa học vật liệu. Sự quan tâm này không chỉ được quyết định bởi những tính chất cơ học và vật lý vốn có đối với những vật liệu cấu trúc siêu mịn khác nhau như: chế tạo bằng sự ngưng tụ khí hoặc nghiền bi kết hợp với sự củng cố tiếp theo, mà còn bởi chính những ưu điểm của vật liệu SPD so với những vật liệu cấu trúc siêu mịn khác. Cụ thể là, phương pháp SPD cho phép khắc phục một số liên kết cũng như trạng thái nứt còn lại trong những mẫu đặc, những tạp chất từ máy nghiền bi, sự gia công phiêu và ứng dụng thực tế quy mô lớn của những vật liệu nhất định. Nguyên lý của việc

chế tạo vật liệu cấu trúc siêu mịn dạng khối sử dụng phương pháp SPD có thể chọn để thay cho phương pháp ép từ bột siêu mịn.

Đặc điểm được biết đến nhiều nhất của phương pháp SPD là sự biến dạng rất mạnh, chẳng hạn bằng cán hoặc tạo hình nguội, có thể dẫn đến cải tiến quan trọng cấu trúc vi mô ở nhiệt độ thấp. Tuy nhiên, sự hình thành những cấu trúc thường là cơ sở của một loại ô mạng có những biên hạt góc nhỏ với những định hướng sai. Trong đó, cấu trúc NSM được hình thành từ phương pháp SPD là những cấu trúc của một loại hạt siêu mịn bao gồm chủ yếu những biên hạt góc lớn. Sự hình thành những cấu trúc nano như vậy có thể được thực hiện bởi phương pháp SPD, tạo ra sự biến dạng rất lớn ở nhiệt độ tương đối thấp, chịu tác động áp lực cao. Để hiểu rõ được nguyên lý này thì những phương pháp đặc biệt của biến dạng cơ học đã được phát triển và sử dụng. Những phương pháp này như sau: biến dạng xoắn khốc liệt dưới áp lực cao, ép trong kênh gấp khúc có tiết diện không thay đổi và thay đổi. Điều đó cho thấy rằng, việc sử dụng phương pháp SPD có thể chế tạo phôi cấu trúc siêu mịn dạng khối ở những kim loại, hợp kim và liên kim khác nhau.

Những phát triển và nghiên cứu đầu tiên của việc tạo ra vật liệu cấu trúc nano, ứng dụng phương pháp SPD được thực hiện bởi Valiev và cùng những cộng sự của ông ta hơn mười năm trước. Những năm gần đây vấn đề này được mô tả một cách rõ nét hơn qua sự công bố của nhiều công trình khác. Mặc dù vậy, các nhà khoa học tin tưởng rằng những khám phá quan trọng nhất về thuộc tính đặc biệt của vật liệu chế tạo bằng phương pháp SPD sẽ tiếp tục được tìm ra trong những năm tới. Một số thuộc tính này là duy nhất và khá quan trọng đối với những sự nghiên cứu cơ bản và ứng dụng.

Biến dạng dẻo mãnh liệt SPD là một phương pháp hữu hiệu được sử dụng để chế tạo vật liệu nano. Phương pháp được sử dụng để biến dạng vật liệu với mức độ biến dạng lớn mà không làm thay đổi kích thước của mẫu. Áp lực thủy tĩnh lớn được sử dụng trong công nghệ SPD làm giảm khuyết tật mạng tinh thể (lệch hoặc lỗ trống).

Sự hình thành cấu trúc vi mô của hạt kim loại trong công nghệ SPD chưa được giải thích một cách đầy đủ. Lapovok et al cho rằng: cấu trúc vi mô được hình thành do sự kết tinh lại của các hạt; một số tác giả khác lại giải thích cấu trúc vi mô được hình thành do sự thay đổi mật độ lệch trong vật liệu. Kích thước của ô cơ sở giảm do sự tăng của mức độ biến dạng khi sử dụng phương pháp biến dạng dẻo mãnh liệt. Tuy nhiên, những mô hình giải thích sự biến đổi cấu trúc nano của vật liệu trong công nghệ này vẫn chưa được tường minh.

Ngày nay, có hai cách tiếp cận cơ bản đã được sử dụng trong việc chế tạo các vật liệu nano được biết đến như là: “bottom-up” và “top-down”

Trong phương thức “bottom-up”, vật liệu NSM được sản xuất bằng cách tập hợp các nguyên tử riêng biệt hoặc hợp nhất các hạt nano thể rắn lại với nhau. Các kỹ thuật đó gồm nghiền bi, nghiền ở nhiệt độ thấp kết hợp với ép nóng đẳng tĩnh, ngưng tụ chân không, mạ điện. Trong thực tế, các kỹ thuật này thường được giới hạn cho việc sản xuất những mẫu khá nhỏ mà có thể áp dụng trong một số lĩnh vực như thiết bị điện, nhưng nhìn chung không thích hợp sử dụng cho kết cấu lớn. Hơn nữa, những sản phẩm tạo ra từ kỹ thuật này bao giờ cũng chứa nhiều lỗ xốp và thường lẫn tạp chất. Những nghiên cứu gần đây đã chỉ ra rằng, các vật liệu thể khối lớn về cơ bản là ở trạng thái xít chặt, có thể được tạo ra nhờ kết hợp giữa nghiền ở nhiệt độ thấp và ép nóng đẳng tĩnh cùng với ép đùn. Tuy nhiên, sự vận hành của phương thức kết hợp này đắt và hiện tại vẫn không dễ áp dụng trong việc sản xuất và tận dụng những hợp kim cho các ứng dụng công nghiệp.

Cách tiếp cận “top-down” thì khác, bởi vì nó phụ thuộc vào việc sử dụng khối kim loại rắn với cỡ hạt tương đối thô, cách thức gia công vật thể để tạo ra cấu trúc NSM thông qua biến dạng mãnh liệt hoặc tải trọng va đập. Phương pháp này khắc phục kích thước sản phẩm nhỏ và tránh được sự lẫn tạp chất, là thuộc tính cố hữu của các vật liệu được sản xuất bằng phương thức “bottom-up”. Bên cạnh đó, phương pháp còn có thể áp dụng rộng rãi cho các hợp kim.

Điều nhận thấy trước hết của việc sản xuất những vi cấu trúc NSM sử dụng phương pháp “top-down” xuất hiện trong những bài báo khoa học vào những năm cuối thế kỷ trước được tiến hành cho các kim loại và hợp kim nguyên chất. Điều

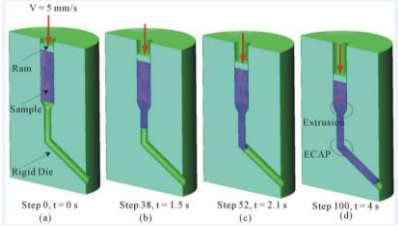
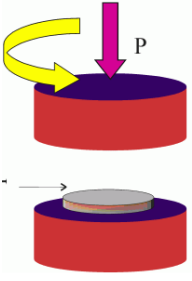
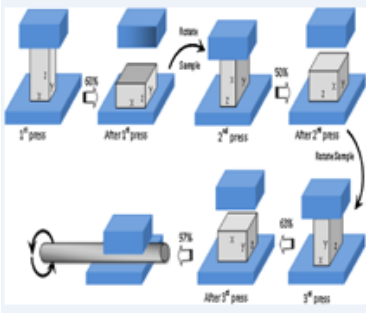
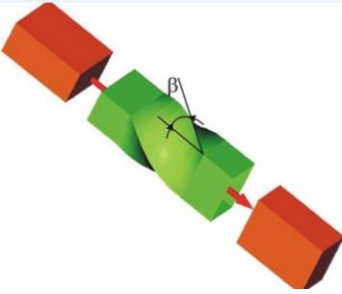
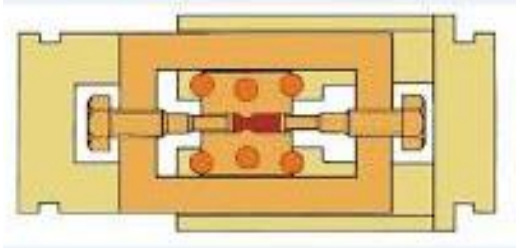
quan trọng nhận được từ những sản phẩm đó là chứng minh khả năng sử dụng sự biến dạng mãnh liệt để sản xuất vật liệu thể khối có cấu trúc nano đạt được khá đồng đều và đẳng trục, với cỡ hạt siêu mịn và chủ yếu là biên giới hạt góc lớn.

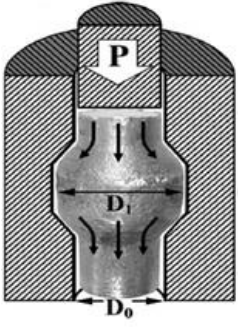
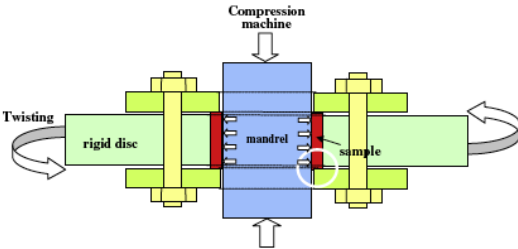
Để chuyển vật rắn hạt thô thành vật liệu với cỡ hạt siêu mịn thì cần cả áp đặt một biến dạng cực lớn nhằm tăng mật độ lệch và để những lệch đó sau này sắp xếp lại, hình thành một dải các biên giới hạt. Trong thực tế, các phương pháp gia công kim loại thông thường như là cán hoặc ép vẫn bị hạn chế trong việc tạo ra các cấu trúc NSM bởi vì hai lý do chính. Thứ nhất, có một sự giới hạn ở biến dạng tổng mà có thể áp đặt sử dụng trong quá trình sản xuất, bởi quy trình kỹ thuật có kết hợp chặt chẽ với sự biến đổi tương ứng của tiết diện chi tiết khi gia công. Thứ hai, biến dạng áp đặt vào trong quá trình gia công thông thường không đủ để tạo ra cấu trúc NSM. Bởi vì khả năng gia công nói chung của các hợp kim tại nhiệt độ môi trường và nhiệt độ thấp là kém. Để khắc phục những hạn chế của phương pháp gia công truyền thống người ta đã tiến hành phát triển một kỹ thuật thay thế mới mà điểm cơ bản của nó là dựa vào sự biến dạng mãnh liệt. Ở đây, biến dạng mãnh liệt được tiến hành ở nhiệt độ tương đối thấp mà không làm thay đổi tiết diện của chi tiết được gia công.

2. Các kỹ thuật của phương pháp biến dạng dẻo mãnh liệt tạo vật liệu thể khối đạt cấu trúc hạt nano

Hiện nay trên thế giới đã cho ra đời rất nhiều các kỹ thuật khác nhau nhằm tạo ra vật liệu khối có cấu trúc hạt nano sau khi biến dạng dẻo mãnh liệt. Trong số đó phải kể đến các kỹ thuật như trong bảng 1

Bảng 1. Các kỹ thuật chế tạo vật liệu NSM dạng khối

Kỹ thuật và người đầu tiên nghiên cứu	Mô hình
<p>Ép trong kênh gấp khúc (ECAP) (Valiev et al., 1991, Segal et al., 1981)</p>	
<p>Xoắn dưới áp lực cao (HPT) (Smirnova et al., 1986; Zhilyaev et al., 2003)</p>	
<p>Rèn đa chiều (MDF) (Salishchev et al., 1993; Valitov et al., 1994)</p>	
<p>Xoắn - Ép (TE) (Beygelzimer et al., 2004; Varyutkhin et al., 2006)</p>	
<p>Nén - Ép chu kỳ CEC (Richert and Ritchert, 1986; Richer et al., 1999)</p>	

<p>Giãn – Ép theo chu kỳ (CEE) N. Pardis, et al, <i>Mater. Sci. Eng.</i>, A628, 423 (2015); A613, 357 (2014); A528, 7537 (2011).</p>	
<p>Xoắn ống áp lực cao (HPTT) Toth et al, <i>Scripta Mater.</i> 60, 175 (2009).</p>	

Ưu điểm của nhóm công nghệ chế tạo vật liệu nano thể khối: Chế tạo được nhiều vật liệu khác nhau như kim loại, hợp kim, composite. Chế tạo phôi dễ dàng với hình dạng: tròn, vuông và chữ nhật. Tuy nhiên, không thể chế tạo vật liệu thể khối lớn, thiết bị sử dụng trong thí nghiệm phức tạp, đặc biệt là kết cấu khuôn, khó tháo dỡ sản phẩm sau một số lần ép, phôi dần bị hạn chế kích thước nếu biến dạng nhiều lần, năng suất thấp, thường mới chỉ dừng lại ở quy mô nhỏ, đơn chiếc.

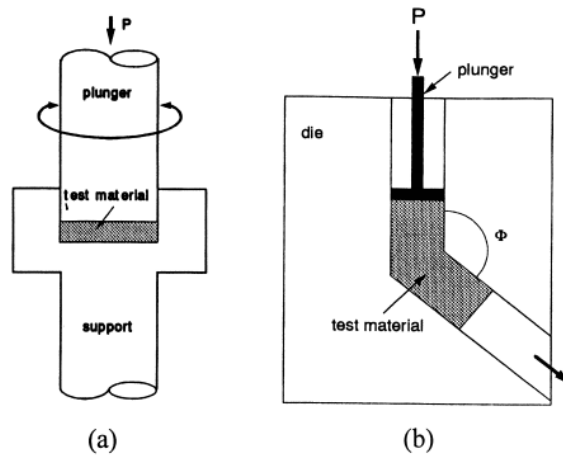
3. Các vật liệu khối đạt cấu trúc nano sau khi biến dạng dẻo mãnh liệt

Phương pháp biến dạng dẻo mãnh liệt có thể tạo ra được cấu trúc nano trong các vật loại vật liệu khác nhau. Tuy nhiên, kích thước hạt nhận được cũng như đặc tính của các hạt cấu trúc nano phụ thuộc vào việc ứng dụng các kỹ thuật khác nhau trong phương pháp SPD, chế độ xử lý, thành phần ban đầu và cấu trúc tế vi ban đầu của vật liệu. Báo cáo này trình bày một số kết quả đã đạt được khi ứng dụng phương pháp biến dạng dẻo mãnh liệt để chế tạo vật liệu khối khác nhau đạt cấu trúc hạt nano.

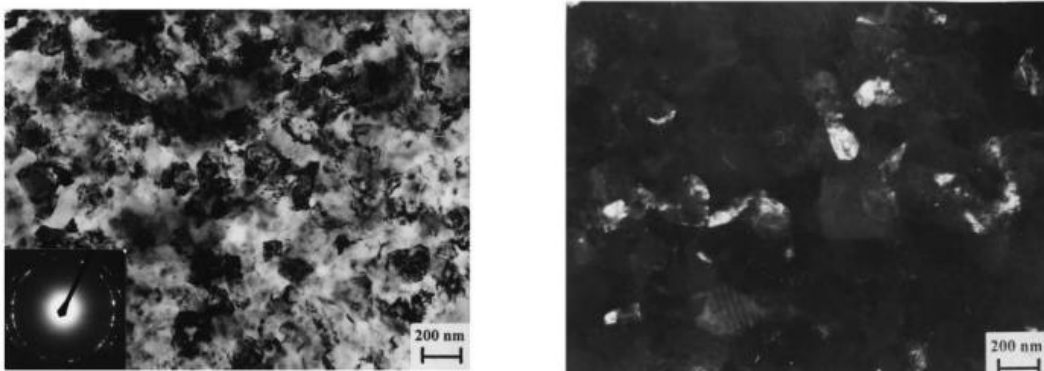
Cho đến nay, cấu trúc nano đã đạt được trong một số kim loại nguyên chất, hợp kim, thép và các hợp chất liên kim loại bằng việc áp dụng các kỹ thuật khác nhau của phương pháp SPD.

Ví dụ, với kim loại nguyên chất, nhờ ứng dụng kỹ thuật biến dạng xoắn mãnh liệt (severe plastic torsion straining - SPTS) có thể dẫn đến sự hình thành cấu trúc

hạt siêu mịn với một cỡ hạt có giá trị trung bình khoảng 100 nm. Nếu ứng dụng kỹ thuật ép ECA có thể tạo ra hạt kích thước cỡ 200 - 300nm.

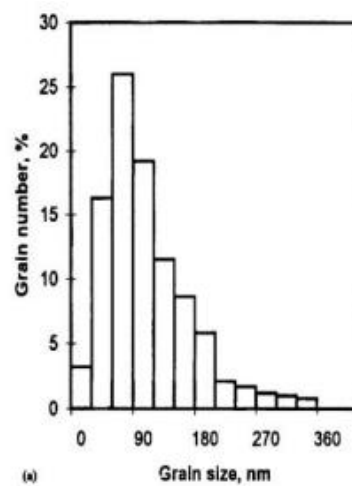


Hình 1 Nguyên lý của phương pháp SPD: (a) xoắn dưới áp suất cao, (b) ép ECA



(a)

(b)



(c)

Hình 2 Các tổ chức TEM điển hình của đồng cấu trúc nano, được chế tạo bằng kỹ thuật xoắn mảnh liệt;

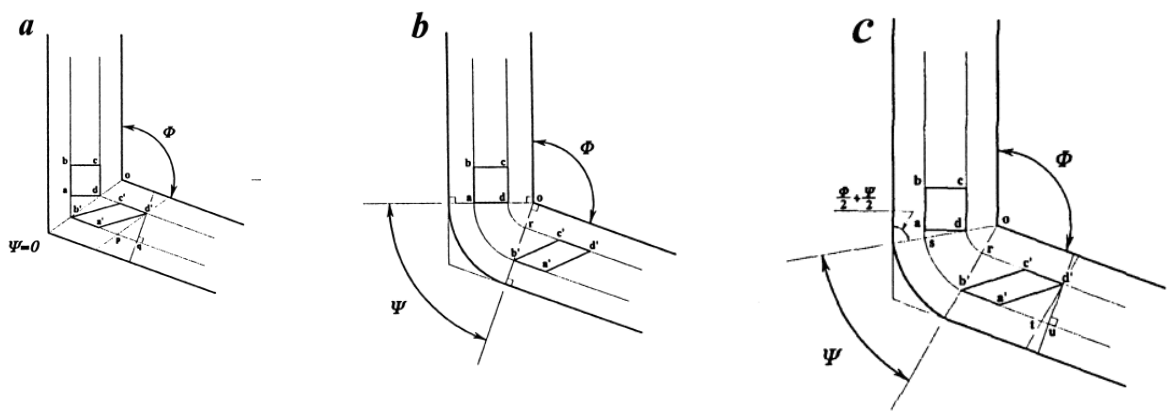
(a) Hình ảnh nhiễu xạ trường sáng; (b) Hình ảnh nhẵn trường tối;

(c) Biểu đồ phân bố kích thước hạt.

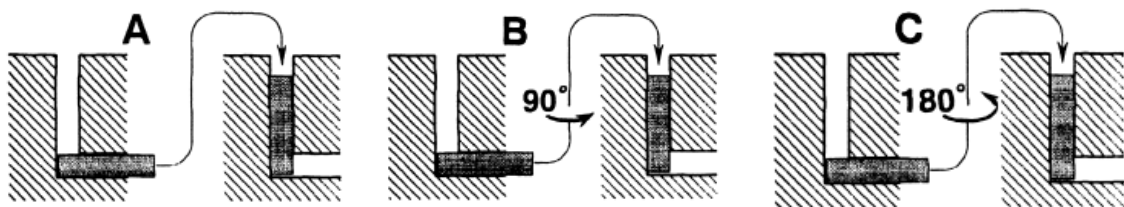
Trong hình 2, người ta có thể thấy cấu trúc nano điển hình của đồng (99,98%) khi thực hiện kỹ thuật SPTS ở nhiệt độ phòng (biến dạng thực $\epsilon = 7$, với áp suất $p = 7\text{GPa}$) được quan sát trong kính hiển vi điện tử truyền qua, hình ảnh nhân trường sáng và tối, với hình ảnh nhiễu xạ tương ứng cũng được hiển thị [1, 2]. Người ta thấy rằng nhiều ranh giới hạt rất rõ ràng. Nhưng, như một quy luật, chúng xuất hiện không thẳng, mà cong hoặc lượn sóng. Ngoài ra, cũng tồn tại ranh giới hạt với hình ảnh không rõ ràng và độ tương phản nhiễu xạ bên trong hạt là không đồng nhất và thường biến đổi phức tạp. Điều này cho thấy, ứng suất dư và biến dạng đàn hồi của mạng tinh thể là lớn. Qua ảnh nhiễu xạ cả bên trong các hạt chứa lệch mạng và các hạt không có lệch mạng cho thấy rằng ranh giới hạt là nguyên nhân chính của sự tồn tại ứng suất dư bên trong. Sự dịch chuyển theo các phương của các điểm trên ảnh nhiễu xạ cho thấy tồn tại ứng suất dư bên trong cao. Theo [1, 2] mật độ trung bình của lệch mạng trong đồng sau phương pháp SPD đạt khoảng $5.10^{-14} \text{ m}^{-2}$. Vô số các điểm trên ảnh nhiễu xạ được sắp xếp dọc theo các vòng tròn cho thấy các hạt có góc nghiêng lớn tập trung cao ở các khu vực lân cận của mạng tinh thể. Sự xuất hiện của hạt góc nghiêng cao ở ranh giới trong cấu trúc của đồng sẽ chịu ứng suất cao [3] là một tính năng rất quan trọng của vật liệu sau khi áp dụng SPD. Biểu đồ của sự phân bố kích thước hạt nhận được từ hình ảnh nhân trường tối [1] cho thấy, cấu trúc của đồng sau SPD với kích thước hạt trung bình là 107 nm (hình 2c).

Các đặc điểm tương tự của cấu trúc nano được quan sát thấy trong niken tinh khiết khi áp dụng SPTS ở nhiệt độ phòng [4]. Kích thước hạt nhỏ hơn khoảng 80nm đã nhận được trong các mẫu của Armco-Fe [5] và Ti [6] có mạng tinh thể bcc và hcp tương ứng. Tuy nhiên, cấu trúc nano của chúng được đặc trưng bởi sự nhiễu xạ dịch chuyển phức tạp hơn, do ứng suất dư đàn hồi cao hơn.

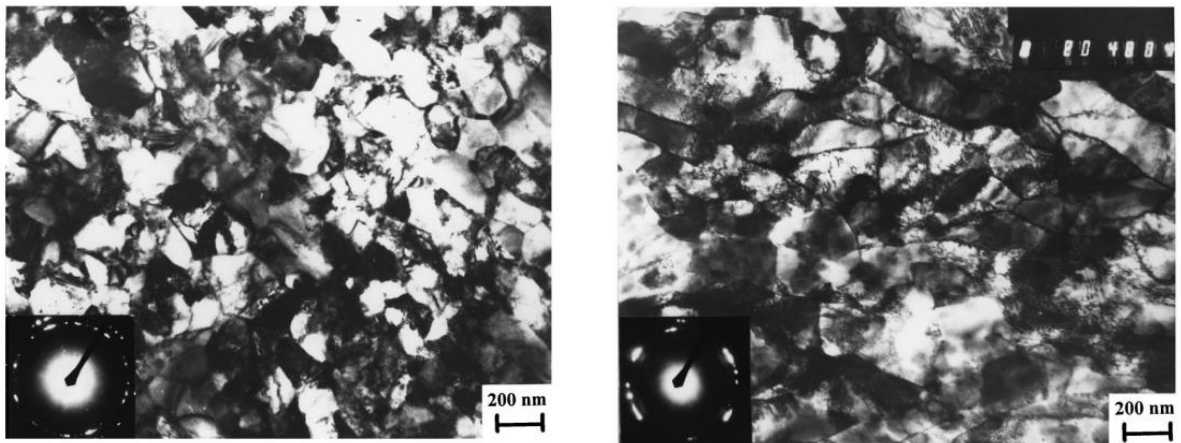
Như thể hiện trong các bài báo [7, 8], kỹ thuật ECA cũng có thể làm hình thành cấu trúc nano đồng nhất trong kim loại nguyên chất. Đặc biệt, ở Cu (99,97%) sau khi dùng ECA ở nhiệt độ phòng (12 lượt, lộ trình B) kích thước hạt trung bình là 210nm (Hình 5a).



Hình 3 Nguyên lý của kỹ thuật ép ECA



Hình 4 Các lộ trình thực hiện của quá trình ép ECA



a)

b)

Hình 5 Ảnh TEM của đồng cấu trúc nano được xử lý bằng cách ép ECA

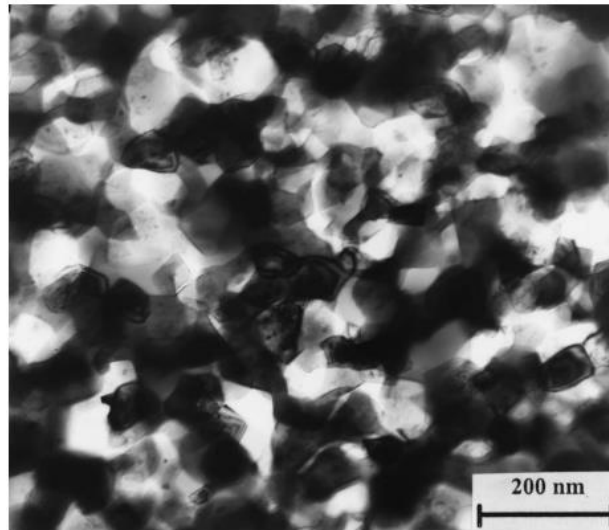
(a) sau mỗi lần ép mẫu quay 90° , lộ trình B

(b) sau mỗi lần ép phiê quay quanh trục dọc 180° , lộ trình C.

Đồng thời, các kết quả nghiên cứu TEM cho thấy sự xuất hiện của ba loại hạt. Trong các hạt nhỏ, kích thước lên tới 100nm, sự sai lệch mạng gần như không xuất hiện, trong các hạt có kích thước trung gian riêng biệt lệch mạng đã xuất hiện và trong các hạt lớn (400 - 500nm) hình thành các hạt riêng biệt nhau. Mật độ trung bình của các lệch mạng bên trong hạt là $5.10^{-14}m^{-2}$. Ngoài ra, cấu trúc đạt

được do ép ECA phụ thuộc lớn vào lộ trình biến dạng. Ví dụ, trong quá trình ép ECA của Cu, trong trường hợp cùng số lượng lần ép là 12, nếu thay đổi lộ trình của phôi từ B đến C dẫn đến sự hình thành cấu trúc vi mô khác - một dải cấu trúc, có nhiều ranh giới hạt góc thấp (Hình 5.b). Gần đây, vấn đề đó đã được nghiên cứu chi tiết trong quá trình ép ECA của Al [9] cho thấy sự đồng nhất của cấu trúc, độ giãn dài của hạt và khối lượng tỷ lệ ranh giới hạt góc lớn được xác định không chỉ bởi giá trị biến dạng mà còn chủ yếu bởi các lộ trình thực hiện. Người ta cũng nên tính đến khả năng tự làm nóng phôi trong quá trình ép ECA [10] tạo ra một ảnh hưởng đáng kể đến sự hình thành của cấu trúc là hợp lý. Trong sự liên hệ này, chế tạo các mẫu khối với cấu trúc nano đồng nhất bằng kỹ thuật ép ECA là một nhiệm vụ khoa học và công nghệ chuyên môn ngành. Trong hợp kim, sau biến dạng dẻo mãnh liệt, cấu trúc cuối cùng được xác định không chỉ bởi lộ trình thực hiện mà còn bởi các cấu trúc vi mô ban đầu của vật liệu.

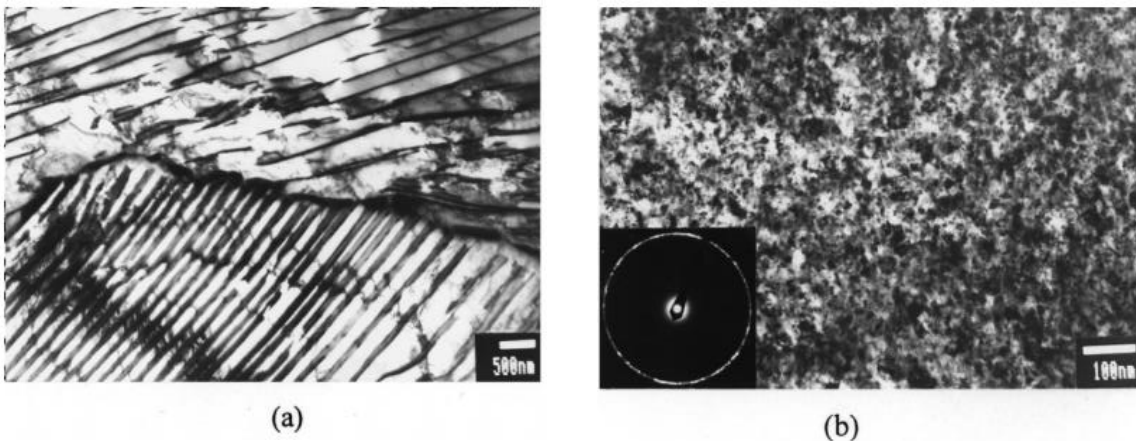
Trong các dung dịch rắn một pha, sự hình thành cấu trúc nano xảy ra tương tự với các kim loại nguyên chất. Sự thay đổi kích thước hạt ít hơn đáng kể trong trường hợp hợp kim. Ví dụ, trong các hợp kim Al đã làm nguội sau khi thực hiện SPTS, kích thước hạt trung bình thường là 70 - 80nm [11, 12]. Trong hợp kim đa pha, pha ban đầu và sự hình thành pha thứ hai đóng một vai trò quan trọng. Vì vậy, trong quá trình biến dạng dẻo mãnh liệt của hợp kim Zn-22% Al, sự kết tinh của cả hai pha là đều xuất hiện và sau SPTS (năm lần xoay) cấu trúc nano với kích thước hạt trung bình của cả hai pha nhỏ hơn 100nm có thể được hình thành ở nhiệt độ phòng (Hình 6) [13].



Hình 6 Cấu trúc hai pha của hợp kim Zn-22%
Al ép xoắn mảnh liệt ở nhiệt độ phòng

Trong quá trình biến dạng mảnh liệt, các hạt pha thứ hai xuất hiện trong cấu trúc ban đầu và ổn định hơn, được phá vỡ cơ học và hòa tan do hợp kim dẫn đến sự hình thành một dung dịch rắn quá bão hòa.

Biến dạng dẻo mảnh liệt của thép carbon cao (1,2% trọng lượng) cũng là một điều đáng quan tâm. Ví dụ về sự hình thành các trạng thái siêu bền [14]. Thép được nghiên cứu ở trạng thái thường hóa (Hình 7a) và có cấu trúc peclit với lượng X_{eII} .

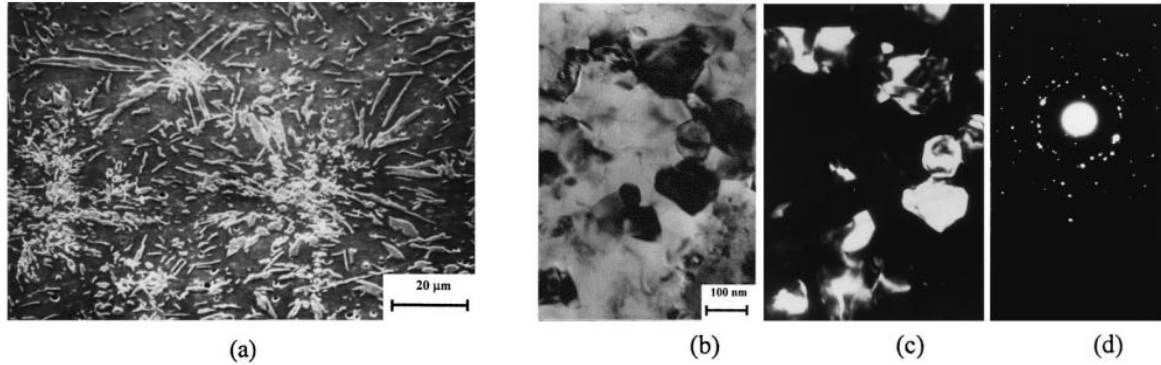


Hình 7 Tổ chức tế vi của thép carbon cao (1,8%C)

a) Ở trạng thái thường hóa; b) sau SPTS ở nhiệt độ phòng

Thực hiện kỹ thuật SPTS ($e = 7$, $p = 6\text{GPa}$) dẫn đến sự hình thành của một cấu trúc hạt phân tán cực lớn với kích thước hạt 20nm (Hình 7b) kèm theo sự hòa tan hoàn toàn của Xe. Cấu trúc nano trong dung dịch rắn quá bão hòa của cacbon trong Fe_{α} đã được tạo ra.

Sự hình thành các dung dịch rắn cũng được thấy trong SPD của một số hợp kim thuộc hệ không hòa tan vào nhau như hệ Cu-50% Al [15], hệ Al - Fe [16] và các loại hợp kim khác. Hợp kim Al-7,5% Fe, dạng phôi đúc được nghiên cứu trong [16] với kích thước hạt ban đầu lớn hơn 10 μ m.



Hình 8 Cấu trúc của hợp kim Al-7,5% Fe:

- (a) Trạng thái đúc ban đầu sau SPTS ở nhiệt độ phòng (TEM); (b) Hình ảnh nhân trường sáng;
 (c) Hình ảnh trường tối; (d) Mẫu SAED.

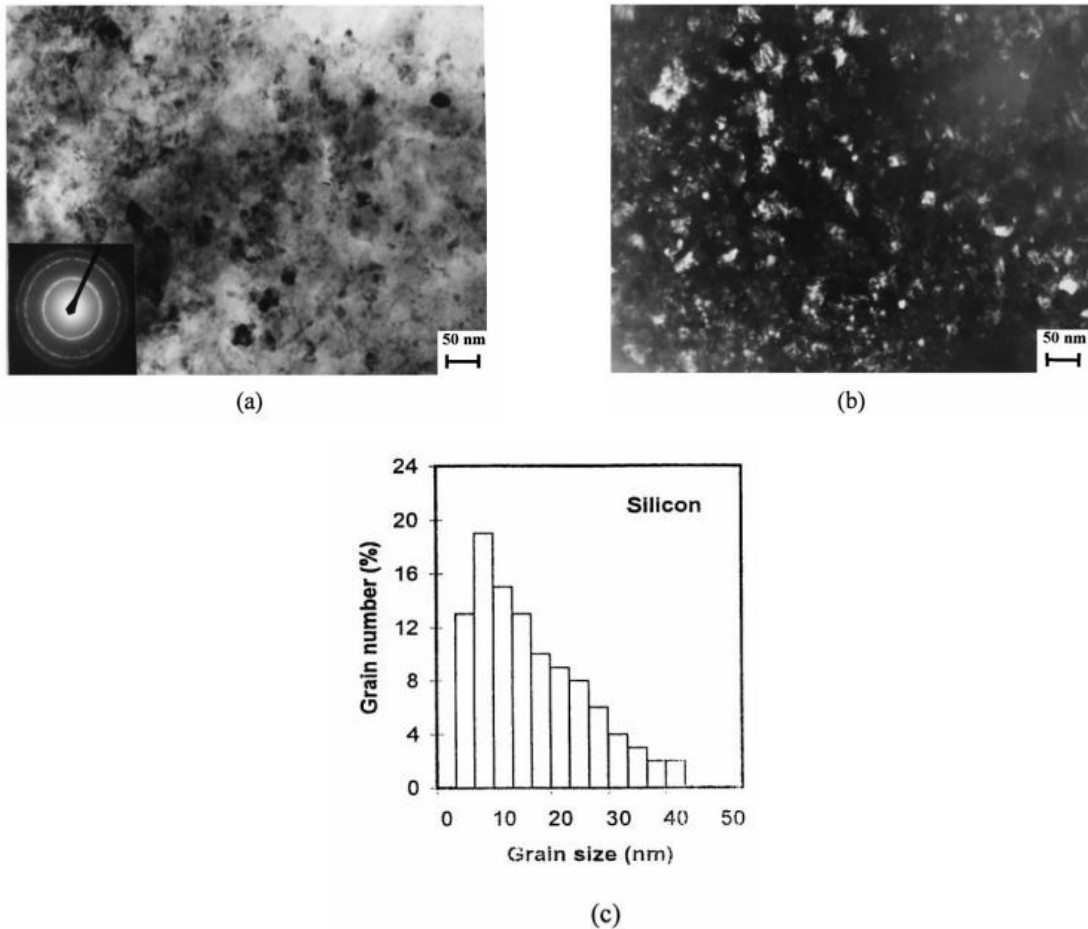
Sau khi thực hiện kỹ thuật SPTS, đạt được cấu trúc hạt siêu mịn với kích thước hạt khoảng 100nm (Hình 8b). Qua phân tích cho thấy, pha Al trở thành dung dịch rắn quá bão hòa, chứa từ 1,34 ÷ 2,24 % trọng lượng, (trong đó 0,65 ÷ 1,10% là sắt). Đồng thời, pha Al₁₃Fe₄ biến đổi thành các hạt hình cầu có kích thước khoảng 1 μ m và một phần hòa tan tạo thành dung dịch rắn.

Một điều đặc biệt nữa được nhận thấy trong các hợp kim sau khi thực hiện phương pháp SPD là sự phát triển của cấu trúc song tinh. Ví dụ, bên cạnh các tinh thể còn có sự xuất hiện của một số lượng lớn các cấu trúc song tinh đã được quan sát thấy trong các hợp kim Mg sau SPTS [17].

Trong các pha liên kim, sau khi biến dạng dẻo mãnh liệt người ta có thể quan sát thấy không chỉ cấu trúc nanô mà còn có sự hỗn loạn của các nguyên tử. Điều này đã được nghiên cứu kỹ lưỡng trong các pha liên kim Ni₃Al [18, 19] và TiAl [20].

Các hợp chất sau khi phân tích của TEM cho thấy, cấu trúc nanô đạt được với kích thước hạt khoảng 50nm được hình thành trong Ni₃Al sau SPTS (e = 7, p = 8 GPa). Cấu trúc có số lượng lớn dạng song tinh phân tán với độ dày chỉ 1 ÷ 2nm.

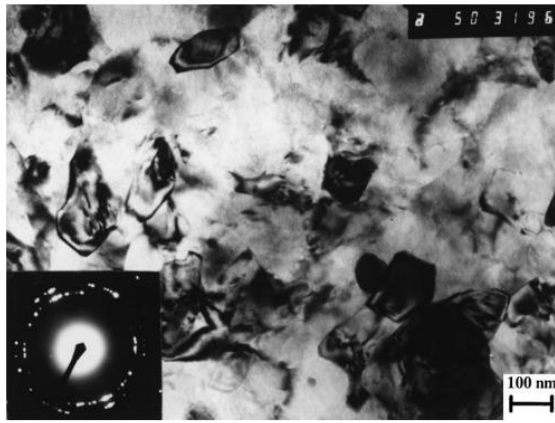
Trong các chất bán dẫn, chẳng hạn như Ge, Si, có kiểu mạng tinh thể kim cương, sau áp dụng kỹ thuật SPTS dưới áp suất 7GPa, cũng hình thành cấu trúc phân tán cao (Hình 9) [21, 22].



Hình 9 Ảnh tổ chức tế vi TEM của Si với cấu trúc nano sau khi ép xoắn mãnh liệt
 a) Hình ảnh nhiễu xạ nhẵn trường sáng; (b) Hình ảnh nhiễu xạ nhẵn trường tối;
 (c) Biểu đồ phân bố kích thước hạt.

Nhìn vào hình ảnh nhiễu xạ nhẵn trường tối cho thấy sự xuất hiện cấu trúc nano của Ge và Si, kích thước hạt trung bình tương ứng là 24 và 17nm.

Các phương pháp SPD cũng được sử dụng để tạo các cấu trúc nano trong vật liệu kim loại với hợp kim, trong vật liệu chứa các hợp chất phân bố đồng đều trong mạng tinh thể [23, 24]. Ví dụ, vật liệu kết hợp Al6061 + 10% Al₂O₃ [23] và Al2009 + 15% SiC [24] sau ép xoắn mãnh liệt cũng nhận được cấu trúc đồng nhất với kích thước hạt trung bình khoảng 100nm (Hình 10).



Hình 10 Tổ chức tế vi của vật liệu composite
Al6061+10%Al₂O₃ sau ép xoắn mảnh liệt

Tuy nhiên, trong quá trình biến dạng, các hợp chất không thay đổi hình dạng và kích thước so với ban đầu. Trong vật liệu Al6061 + 10% Al₂O₃, các hợp chất có dạng hình cầu, kích thước từ 0,2 ÷ 5 μm.

4. Kết luận

Tóm lại sau kết quả tìm hiểu cho thấy, khả năng hình thành cấu trúc nano bằng phương pháp biến dạng dẻo mảnh liệt trong các vật liệu kim loại khác nhau, vật liệu tổng hợp và chất bán dẫn là có thể đạt được. Cấu trúc nano tạo được không chỉ phụ thuộc vào bản chất vật liệu (cấu trúc ban đầu, thành phần pha và kiểu mạng tinh thể) mà còn phụ thuộc vào kỹ thuật khác nhau trong phương pháp biến dạng dẻo mảnh liệt (tốc độ biến dạng, nhiệt độ và áp suất,... vv). Nói chung, giảm nhiệt độ, tăng áp lực và hợp kim hóa đều góp phần thuận lợi cho việc tạo cấu trúc đạt được kích thước hạt nhỏ nhất.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] Islamgaliev RK, Chmelik F, Kuzel R. Mater Sci Eng 1997;A237:43.
- [2] Gertsman VYu, Birringer R, Valiev RZ, Gleiter H. Scr Metall Mater 1994;30:2294
- [3] Mishin OV, Gertsman VYu, Valiev RZ, Gottstein G. Scripta Mater 1996;35:873
- [4] Islamgaliev RK, Chmelik F, Kuzel R. Mater Sci Eng 1997;A234-236:335.
- [5] Valiev RZ, Ivanisenko YuV, Rauch EF, Baudelet B. Acta Mater 1997;44:4705.
- [6] Popov AA, Pyshmintsev IY, Demakov SL, Illarionov AG, Lowe TC, Sergeeva AV, Valiev RZ. Scripta Mater 1997; 37:1089.
- [7] Ahmadeev NH, Valiev RZ, Kopylov VI, Mulyukov RR. Russian Metally 1992;5:96.
- [8] Kozlov EV, Popova NA, Ivanov YuF, Ignatenko LN, Koneva NA, Pekarskaya EE. Ann Chim. Science des Materiaux Fr 1996; 21:427.
- [9] Iwahashi Y, Horita Z, Nemoto M, Langdon TG. Acta Mater 1997;45:4733.
- [10] Utyashev FZ, Enikeev FU, Latysh VV. Ann Chim Science des Materiaux Fr 1996;21:379.
- [11] Stolyarov VV, Latysh VV, Shundalov VA, Salimonenko DA, Islamgaliev RK, Valiev RZ. Mater Sci Eng 1997; A234-236:339.
- [12] Islamgaliev RK, Salimonenko DA, Shestakova LO, Valiev RZ. Izv Vuzov, Tsvetnaja Metallurgia 1997
- [13] Furukawa M, Ma Y, Horita Z, Nemoto M, Valiev RZ, Langdon TG. In: Chandra T, Sakai T, editors. Proc. Int. Conf. On Thermomechanical Processing of Steels and Other Materials, 1997, p. 1875.
- [14] Korznikov AV, Ivanisenko YuV, Laptionok DV, Safarov IM, Pilyugin VP, Valiev RZ. Nanostructured Mater 1994;4:159.
- [15] Shen H, Li Z, Gunther B, Korznikov AV, Valiev RZ. Nanostructured Mater 1995;6:385

- [16] Senkov ON, Froes FH, Stolyarov VV, Valiev RZ, Liu J. Scripta Mater 1998;38:1511.
- [17] Abdulov RZ, Valiev RZ, Krasilnikov NA. J Mater Sci Lett 1990
- [18] Languillaume J, Chmelik F, Kapelski G, Bordeaux F, Nazarov AA, Canova G, Esling C, Valiev
- [19] Korznikov A, Dimitrov O, Quivy A, Korznikova G, Devaud J, Valiev R. J Physique IV 1995
- [20] Korznikov A, Dimitrov O, Korznikova G. Ann Chim Science des Materiaux 1996;21:443.
- [21] Islamgaliev RK, Kuzel R, Obraztsova ED, Burianek J, Chmelik F, Valiev RZ. Mater Sci Eng 1998
- [22] Islamgaliev RK, Kuzel R, Mikov SN, Igo AV, Burianek J, Chmelik F, Valiev RZ. Mater Sci Eng A 1998
- [23] Valiev RZ, Islamgaliev RK, Kuzmina NF, Li Y, Langdon TG. Scripta Mater 1998;40:117.
- [24] Mishra RS, Valiev RZ, McFadden SX, Islamgaliev RK, Mukherjee AK. Scripta Mater 1999.