

## Низкотемпературная деформация и разрушение объемного наноструктурного титана, полученного интенсивной пластической деформацией с помощью равноканального углового прессования

В. З. Бенгус, Е. Д. Табачникова, В. Д. Нацик

*Физико-технический институт низких температур им. Б. И. Веркина НАН Украины  
пр. Ленина, 47, г. Харьков, 61103, Украина  
E-mail: bengus@ilt.kharkov.ua*

Й. Мишкуф, К. Чах

*Институт экспериментальной физики АН Словакии  
ул. Ватсонова, 47, г. Кошице, 04353, Словакия*

В. В. Столяров, Р. З. Валиев

*Институт физики новых материалов, Уфимский государственный авиационный технический  
университет, ул. К. Маркса, 12, г. Уфа, 450000, Россия*

Статья поступила в редакцию 21 июня 2002 г.

Изучены низкотемпературная пластичность и разрушение поликристаллов крупнозернистого (КЗ) и наноструктурного (НС) титана технической чистоты двух структурных модификаций с размером зерна 0,3 и 0,1 мкм, приготовленных методом равноканального углового прессования (РКУП) с дополнительной термомеханической обработкой. Измерения проводили при температурах 300, 77 и 4,2 К в режиме одноосного сжатия со скоростью деформации  $4 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ . Получены кривые упрочнения «напряжение – пластическая деформация», измерены макроскопический предел текучести и ресурс пластичности для образцов с ориентациями оси сжатия вдоль и поперек оси РКУП. Обнаружено возрастание предела текучести в 1,5–2 раза при переходе от КЗ к НС титану и при охлаждении от 300 до 4,2 К. Наблюдается также анизотропия пластичности НС титана – возрастание предела текучести в 1,2–1,5 раза при переходе от ориентации оси сжатия вдоль к ориентации поперек оси РКУП. Ресурс пластичности при таких изменениях структуры образцов и условий эксперимента систематически понижается, однако деформация до разрушения остается выше 4%. Наноструктурный титан не обнаруживал хладноломкости вплоть до температуры жидкого гелия, но при 4,2 К пластическое течение приобретало скачкообразный характер, как и в КЗ титане. Установлено, что при низкотемпературном одноосном сжатии происходит разрушение НС титана в результате неустойчивого пластического сдвига, сопровождающегося локальным адиабатическим разогревом материала. Такое явление не свойственно КЗ титану. Изучение морфологии поверхностей сдвигового разрушения с помощью сканирующего электронного микроскопа выявило характерный «венный» узор, свидетельствующий о локальном разогреве при температуре  $\geq 800 \text{ }^\circ\text{C}$ . Установлен термически активированный характер пластической деформации НС титана при низких температурах. Показано влияние на величину предела текучести микроструктурных внутренних напряжений термической анизотропии и возможного микродвойникования.

Вивчено низькотемпературну пластичність та руйнування полікристалів крупнозернистого (КЗ) і наноструктурного (НС) титану технічної чистоти двох структурних модифікацій з розміром зерна 0,3 і 0,1 мкм, виготовлених методом рівноканального вуглового пресування (РКВП) з додатковою термомеханічною обробкою. Вимірювання проведено

при температурах 300, 77 та 4,2 К у режимі одноосового стискування при швидкості деформування  $4 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ . Одержано криві зміцнення «напруження – пластична деформація», виміряно макроскопічну границю плинності та ресурс пластичності для зразків з орієнтаціями осі стиснення вздовж і поперек осі РКВП. Виявлено зростання границі плинності у 1,5–2 рази при переході від КЗ до НС титану і при охолодженні від 300 до 4,2 К. Спостережено також анізотропію пластичності НС титану – зростання границі плинності в 1,2–1,5 разів при переході від орієнтації осі стиснення вздовж до орієнтації поперек осі РКВП. Ресурс пластичності при таких змінах структури зразків та умов експерименту систематично зменшується, однак деформація до руйнування залишається вище ніж 4 %. Наноструктурний титан не виявляв холодноламкості впритул до температури рідкого гелію, але при 4,2 К пластична плинність набувала стрибкоподібного характеру, як і у КЗ титані. Встановлено, що при низькотемпературному одноосовому стискуванні відбувається руйнування НС титану як наслідок нестійкого пластичного зсуву, котрий супроводжується локальним адіабатичним розігрівом матеріалу. Таке явище не властиво КЗ титану. Вивчення морфології поверхні зсувного руйнування за допомогою скануючого електронного мікроскопа виявило характерний «венний» візерунок, який свідчить про локальний розігрів при температурі  $\geq 800 \text{ }^\circ\text{C}$ . Виявлено термічно активований характер пластичної деформації НС титану при низьких температурах. Показано вплив на величину границі плинності мікроструктурних внутрішніх напружень термічної анізотропії і можливого мікродвійникування.

PACS: 62.20.Fe, 62.20.Mk, 81.05.Ys

## 1. Введение

Объемные поликристаллы металлов и сплавов с ультрамалым размером зерна порядка 100 нм, получившие название наноструктурных (НС) материалов, находят все более широкое применение как конструкционные в современной технике [1]. Весьма важное для прикладного использования свойство этих материалов – оптимальное сочетание высокой прочности с высокой пластичностью. Эффективным технологическим методом, обеспечивающим сочетание таких свойств, является равноканальное угловое прессование (РКУП) [1].

Среди ряда полученных к настоящему времени НС материалов специальный интерес вызывает наноструктурный титан. Образцы НС титана, полученные методом РКУП, имеют при комнатной температуре предел текучести, превышающий более чем в два раза предел текучести крупнозернистого (КЗ) титана [2,3] и приближающийся к значению теоретической прочности монокристалла титана на сдвиг. Уже давно установлено, что КЗ титан имеет высокую пластичность при комнатной температуре и сохраняет ее (и даже увеличивает) при охлаждении до 77 К [4,5], поэтому он рассматривается как перспективный конструкционный материал в криогенной технике [4]. В связи с этим возникает естественный интерес также к изучению механических свойств НС титана при низких температурах и возможностей его использования в криогенной технике.

Можно назвать еще несколько обстоятельств, стимулирующих интерес к изучению пластичности и разрушения НС титана в области низких температур.

Во-первых, оказалось, что поликристаллы титана с существенно разным размером зерна имеют различную склонность к двойникованию: для КЗ образцов интенсивность двойникования при охлаждении увеличивается [5,6], а в случае НС образцов, полученных методом РКУП, двойникование затруднено [3], хотя мы не можем исключить его возможность на микроуровне. Так как параллельное протекание и взаимодействие скольжения и двойникования играет первостепенную роль в формировании пластических и прочностных свойств кристаллических материалов, то отмеченные различия могут ставить под сомнение возможность прогнозирования свойств НС титана на основе результатов, полученных при изучении КЗ образцов.

Во-вторых, к настоящему времени имеются экспериментальные свидетельства неустойчивого пластического сдвига в НС титане, полученные при изучении его разрушения в режиме квазистатического одноосового сжатия при 77 К [2] и высокоскоростного ударного сжатия при комнатной температуре [3]: в обоих случаях наблюдали локализованный сдвиг, приводящий к разрушению образцов путем соскальзывания части образца по плоскости максимальных касательных напряжений. Такое сдвиговое разрушение образцов интерпретировано [2] на основе соображений,

сформулированных в [7], как следствие тепловой и механической неустойчивости в результате локального адиабатического разогрева в полосе катастрофического сдвига, распространяющейся вдоль межзеренных границ. В связи с этим представляет интерес изучение особенностей разрушения НС титана в условиях одноосного сжатия при температуре жидкого гелия 4,2 К, при которой теплоемкость и теплопроводность материала существенно меньше, чем при 77 К, что благоприятствует возникновению локализованного разогрева [7].

Следует отметить, что использование метода РКУП для получения НС титана приводит к сильно выраженной анизотропии субструктуры и механических свойств образцов [2]. Поэтому одной из интересных задач является изучение характеристик пластичности и разрушения НС титана при деформировании образцов вдоль и поперек оси РКУП.

И, наконец, специальный интерес представляет практически не изученный вопрос о роли зернограницных дислокаций и внутренних напряжений в процессах пластического течения и разрушения НС титана при низких температурах.

В настоящей работе проведено систематическое экспериментальное изучение и сопоставление закономерностей деформации и разрушения НС и КЗ титана в широкой области низких температур. При обсуждении полученных результатов авторы преследовали две цели: расширение и углубление представлений о механизмах деформации НС материалов; обозначение перспектив использования НС титана в криогенной технике.

## 2. Материалы и методы

Исследование выполнено на образцах, вырезанных из прутков  $14 \times 14 \times 160$  мм поликристаллического титана технической чистоты (ВТ-1-0). Изучены деформация и разрушение титана в трех структурных состояниях:

— исходное состояние 1 — средний размер зерна  $d = 15$  мкм, получено горячим прессованием;

— состояние 2 — средний размер зерна  $d = 0,3$  мкм, получено с помощью интенсивной пластической деформации исходного титана путем 8-ми проходов РКУП при 450 °С;

— состояние 3 — средний размер зерна  $d = 0,1$  мкм, получено с помощью интенсивной пластической деформации исходного титана путем 8-ми проходов РКУП с последующей холодной прокаткой до 75% деформации, за которой следовал отжиг при 300 °С в течение 1 ч.

Механические характеристики изучали при одноосном сжатии со скоростью относительной деформации около  $4 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$  (квазистатическое деформирование) на деформационной машине с жесткостью 13 кН/мм при температурах 300, 77 (в жидком азоте) и 4,2 К (в жидком гелии). Образцы для сжатия представляли собой прямоугольные призмы  $2 \times 2 \times 7$  мм. Точность измерения напряжения  $\pm 3$  МПа, деформации  $\pm 0,1$  %.

Изучены образцы, вырезанные из прутков как параллельно ( $\parallel$ ), так и перпендикулярно ( $\perp$ ) оси РКУП. Определяли следующие характеристики образцов:

— регистрировали диаграммы деформирования  $P(t)$ , где  $P$  — деформирующая нагрузка,  $t$  — время деформирования;

— из диаграмм деформирования (в приближении однородной деформации) находили кривые деформационного упрочнения  $\sigma(\epsilon)$ , где  $\sigma$  — деформирующее напряжение,  $\epsilon$  — пластическая деформация;

— условный макроскопический предел текучести  $\sigma_y$  находили методом пересечения касательных к диаграмме деформирования  $P(t)$  на ее начальном и стационарном участках;

— максимальную пластическую деформацию до разрушения (ресурс пластичности)  $\epsilon_{\text{пл}}$ ;

— определяли вид разрушения и исследовали морфологию поверхностей разрушения, для этого использовали сканирующий электронный микроскоп TESLA BS-300.

Количественные характеристики деформации и разрушения найдены путем усреднения данных для пяти и более образцов.

## 3. Экспериментальные результаты и обсуждение

### 3.1. Особенности деформационного упрочнения НС титана при низких температурах

Закономерности деформационного упрочнения крупнозернистого поликристаллического титана при растяжении были ранее изучены для интервалов скоростей деформирования  $10^{-3}$ – $8 \cdot 10^3 \text{ с}^{-1}$  и температур эксперимента 77–1000 К [6]. В ряде случаев при определенном сочетании скорости деформирования и температуры испытания кривые  $\sigma(\epsilon)$  имели стандартный трехстадийный характер. Однако в других случаях, при относительно малых скоростях деформирования  $10^{-3}$ – $10^{-1} \text{ с}^{-1}$  и температуре 77 К, кривые  $\sigma(\epsilon)$  имели параболическую форму. Параболический характер упрочнения наблюдали и при больших скоростях деформирования  $2 \cdot 10^3$ – $8 \cdot 10^3 \text{ с}^{-1}$

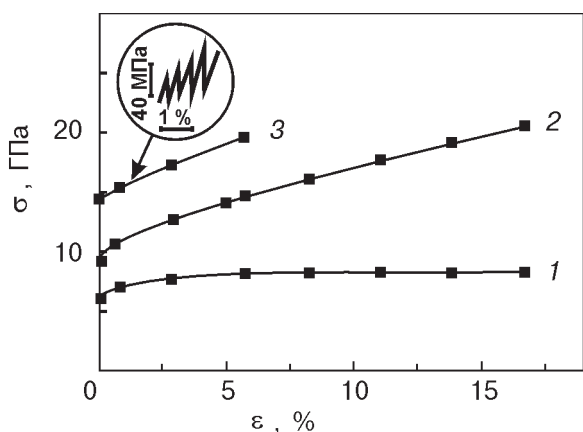


Рис. 1. Кривые деформации НС титана (состояние 2, ||-ориентация) при температурах 300 (1), 77 (2) и 4,2 (3) К. Скачкообразный характер кривой  $(\sigma, \epsilon)$  при 4,2 К показан на вставке.

и температурах 77, 298 и 398 К [3]. Полученные в настоящей работе кривые упрочнения при сжатии КЗ титана (структурное состояние 1) согласуются с результатами работ [3,6] при сопоставимых величинах скорости и температуры деформирования.

Изучение НС титана (структурные состояния 2 и 3) при выбранной нами скорости деформирования  $4 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$  выявило существенно другой характер упрочнения и его реакцию на изменение температуры. Во всем интервале температур 300–4,2 К на кривых упрочнения после узкой переходной стадии вблизи предела текучести наблюдали единственную устойчивую стадию линейного упрочнения (рис. 1). Зависимости  $\sigma(\epsilon)$  достаточно хорошо аппроксимируются выражением

$$\sigma(\epsilon) = \sigma_y + \theta \epsilon, \quad (1)$$

где  $\theta$  — коэффициент деформационного упрочнения. Это выражение описывает кривые упрочнения всех изученных образцов НС титана, однако его параметры — условный предел текучести и коэффициент деформационного упрочнения — существенно зависят от температуры  $T$ , среднего размера зерна  $d$  и проявляют анизотропию по отношению к оси РКУП. На рис. 1 видно, что для НС титана при комнатной температуре упрочнение практически отсутствует  $\theta(300 \text{ К}) \approx 0$ , аналогичное явление наблюдали при растяжении НС титана [8] и сжатии наноструктурного железа [9]. Однако при понижении температуры коэффициент упрочнения увеличивается:  $\theta(77 \text{ К}) = 5,7 \text{ ГПа}$ ,  $\theta(4,2 \text{ К}) = 8,1 \text{ ГПа}$ .

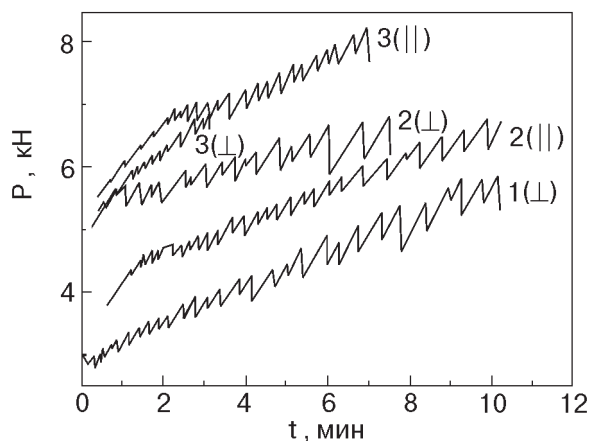


Рис. 2. Участки диаграмм скачкообразной деформации  $P(t)$  в процессе одноосного сжатия при 4,2 К образцов титана в разных структурных состояниях и при разной ориентации оси сжатия относительно оси РКУП (см. текст).

Одна из интересных особенностей низкотемпературной пластичности монокристаллов и поликристаллов титана ВТ-1-0 как при одноосном растяжении, так и при сжатии — нестабильный (скачкообразный) характер пластического течения в области температуры жидкого гелия [5,10–12]. При температуре 4,2 К пластическая деформация НС титана также протекает скачкообразно, начиная от предела текучести. На рис. 2 показаны типичные примеры диаграмм одноосного сжатия  $P(t)$  при 4,2 К образцов титана с различным размером зерна (в разных структурных состояниях) и различной ориентацией оси сжатия относительно оси РКУП. Отметим заметную зависимость характерных величин амплитуды скачков и их частоты от размера зерна и ориентации оси сжатия.

Описанные выше особенности диаграмм деформирования и кривых упрочнения для НС титана качественно соответствуют источниковой модели пластической деформации и деформационного упрочнения, предложенной ранее одним из авторов [13]. Согласно этой модели «параболические» кривые упрочнения  $\sigma(\epsilon)$  наблюдали в том случае, если полосы скольжения, возникшие от дискретных источников при некоторой пороговой величине деформирующего напряжения, испытывают в дальнейшем постепенное развитие, увеличивая свой вклад в деформацию по мере роста деформирующего напряжения. В том случае, когда полосы скольжения дают только одноразовый («дискретный») вклад в деформацию при зарождении, не развиваясь в дальнейшем, а источники зарождения распределены в объеме образца статистически однородно и действуют не-

зависимо, должна наблюдаться «стадийная» (в частном случае — линейная) кривая  $\sigma(\epsilon)$  [13].

По-видимому, НС материалам свойствен именно такой «дискретный» характер развития деформации. Дополнительным экспериментальным подтверждением дискретного характера протекания пластической деформации в НС материалах могут служить наблюдения акустической эмиссии, которая сопровождала пластическую деформацию НС меди [14]. Естественно предполагать, что источниками областями в НС титане являются отдельные, благоприятно ориентированные зерна, в которых зарождается пластический сдвиг и впоследствии распространяется вдоль границ многих зерен. О распространении такого сдвига можно судить, основываясь на наблюдениях величины скачков деформации при 4,2 К.

Зависимости на рис. 2 позволяют сравнить характер скачкообразной деформации для образцов титана с различным структурным состоянием и различной ориентацией. Например, в случае структурного состояния 2 для образцов «перпендикулярной» ( $\perp$ ) ориентации количество скачков нагрузки на единицу пластической деформации почти в полтора раза меньше, чем для образцов «параллельной» ( $\parallel$ ) ориентации. При одинаковой  $\perp$ -ориентации переход от состояния 1 к состоянию 2 сопровождается уменьшением частоты скачков почти в два раза. Это позволяет заключить, что количество источников, ответственных за зарождение отдельного акта пластической деформации и соответствующего ему скачка нагрузки, меньше в образцах «перпендикулярной» ориентации: соответственно, для этих образцов средние амплитуды скачков почти вдвое больше. Измерение амплитуд первых скачков дает величину порядка 60 Н, что соответствует вкладу в пластическую деформацию образца  $\sim 0,1\%$ , а перед разрушением амплитуды скачков увеличиваются примерно в десять раз. Очевидно, что столь значительная пластическая деформация в отдельном скачке должна иметь кооперативный характер и охватывать много зерен (границ зерен) деформируемого образца. Однако имеющейся информации пока недостаточно для однозначной идентификации источников зернограницных сдвигов, которые распространяются вдоль многих границ зерен и превращаются в полосы локализованного сдвига, приводящие к скачкам.

Предельная пластичность  $\epsilon_{ul}$  до разрушения при сжатии НС титана достаточно велика и сравнима с пластичностью крупнозернистого пруткового титана при одноосном растяжении (18–20% [5]). Ресурс пластичности систематически умень-

шается при уменьшении размера зерна, что можно видеть на рис. 2. Однако даже в наименее пластичном структурном состоянии 3 при 4,2 К  $\epsilon_{ul}$  составляет 12% для  $\parallel$ - и 4% для  $\perp$ -ориентаций. Это свидетельствует о том, что объемный наноструктурный титан, полученный с помощью равноканального углового прессования, не имеет склонности к хладноломкости.

Таким образом, метод РКУП позволяет получать объемный наноструктурный титан, который можно рассматривать как потенциальный конструкционный материал для применений в криогенной технике.

### 3.2. Условный предел текучести НС титана при 300–4,2 К

Условный предел текучести  $\sigma_y$  находили методом пересечения касательных к машинной диаграмме деформации  $P(t)$  на ее начальном и стационарном участках. Величины условных пределов текучести при 300, 77, 4,2 К для трех изученных структурных состояний (с различным средним размером зерна  $d$ ) при одноосном сжатии вдоль и перпендикулярно оси прутков приведены в табл. 1.

Таблица 1

Зависимость предела текучести  $\sigma_y$  титана от температуры, размера зерна и ориентации оси сжатия

Структурное состояние образца	Ориентация оси сжатия относительно оси РКУП	$\sigma_y$ , ГПа		
		300 К	77 К	4,2 К
1	$\parallel$	0,44	0,78 (0,98)	0,97 (1,22)
	$\perp$	0,50	0,90 (1,10)	1,03 (1,28)
2	$\parallel$	0,65	0,87 (0,85)	1,24 (1,22)
	$\perp$	0,87	1,33 (1,39)	1,47 (1,54)
3	$\parallel$	1,00	1,32 (1,52)	1,67 (1,92)
	$\perp$	1,14	1,55 (1,75)	1,79 (2,04)

Примечание: Для температур 77 и 4,2 К в скобках приведены величины  $\sigma_y^0 = \sigma_y - \sigma_{ii}^{th}$ , где  $\sigma_{ii}^{th}$  — характерные величины микроструктурных термоупругих напряжений, обусловленных анизотропией теплового расширения зерен титана (см. раздел 3.3.3)

Значение предела текучести исходного КЗ титана находится в хорошем согласии с литературными данными [16], а величины пределов текучести НС титана значительно выше, чем для исходного состояния 1. Наблюдается также значительная анизотропия предела текучести:  $\sigma_y$  существенно увеличивается при переходе от параллельной к перпендикулярной ориентации оси сжатия по отношению к оси РКУП. Во всей области низких температур  $\sigma_y$  в структурном состоянии 3 приблизительно в 1,7–2 раза больше, чем в исходном состоянии 1.

Отметим, что величина  $\sigma_y$  в состоянии 3 сопоставима с пределом текучести сильнолегированного КЗ сплава ВТ-6 (~ 0,9 ГПа при 300 К, 1,4 ГПа при 77 К, 1,6 ГПа при 4,2 К [16]). Данное наблюдение позволяет сделать еще один вывод, представляющий интерес для технологии получения титановых материалов с высоким пределом текучести: технология РКУП в некоторых отношениях сопоставима по эффективности с легированием.

Для более наглядной иллюстрации различий пределов текучести НС и КЗ титана на рис. 3 приведены зависимости  $\sigma_y(T)$ , построенные по данным табл. 1.

На рис. 3 видно, что характер зависимости  $\sigma_y(T)$  сохраняется при изменении размера зерна: для образцов всех типов наблюдается монотонное увеличение предела текучести при понижении температуры. Эта зависимость свидетельствует о термически активированном характере элементарных актов пластического сдвига в НС титане. Такая же закономерность характерна как для КЗ

[17], так и для монокристаллического [18] титана.

Вместе с тем температурные зависимости пределов текучести НС и КЗ титана имеют определенные отличия. Во-первых, при заданной температуре деформирования наблюдается систематическое увеличение  $\sigma_y$  при уменьшении  $d$  и при переходе от параллельной к перпендикулярной ориентации. Еще одна заметная особенность – существенное увеличение (в несколько раз) производной  $\partial\sigma_y/\partial T$  в области температур 77–4,2 К при переходе от КЗ к НС структурному состоянию.

Эти различия естественно связывать с различием микромеханизмов пластической деформации КЗ и НС титана. В зернах КЗ титана при понижении температуры интенсифицируется механическое двойникование [5,6], которое в НС титане, полученном РКУП, затруднено вследствие малого размера зерен [3]. Такое поведение аналогично наблюдавшемуся ранее явлению прекращения двойникования в поликристаллическом титане в процессе развитой пластической деформации (при деформациях, больших 0,4) [19] и развитию скольжения по границам двойников [20]. Это скольжение является одним из проявлений межзеренной деформации, обусловленной движением зернограницных дислокаций [21,22] в двойниковом направлении. Возникновение микроскопических двойников (не развивающихся с ростом деформации материала) также нельзя исключать в наноструктурном титане, однако для окончательного суждения необходимы электронно-микроскопические наблюдения деформированного материала. Следовательно, количественные различия абсолютных величин  $\sigma_y(T)$  и производной  $\partial\sigma_y/\partial T$  в области температур 77–4,2 К обусловлены, по-видимому, различием энергий активации и активационных объемов для внутриверенного и межзеренного (зернограницного) скольжения в КЗ и в НС титане и, вероятно, для процессов термически активированного зарождения двойникоующих дислокаций.

Отметим также, что сравнительно большая величина производной  $\partial\sigma_y/\partial T$  для НС титана ниже 77 К оказывает существенное влияние на возникновение неустойчивого пластического сдвига, определяющего низкотемпературное разрушение этого материала (см. разд. 3.5).

### 3.3. Анизотропия предела текучести НС титана

#### 3.3.1. Количественные характеристики и температурная зависимость эффекта анизо-

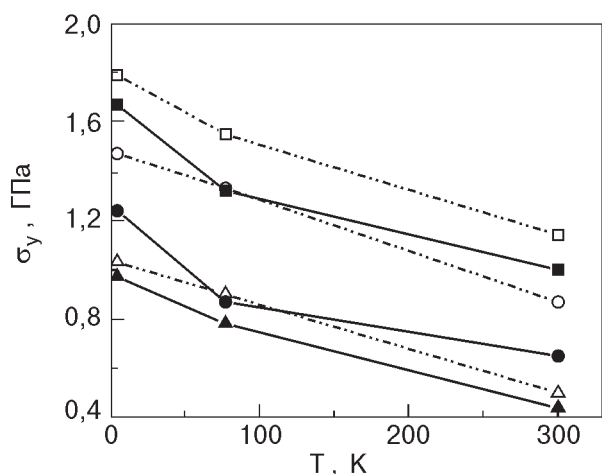


Рис. 3. Температурные зависимости пределов текучести титана в разных структурных состояниях: 1 (||) (▲); 1 (⊥) (Δ); 2 (||) (●); 2 (⊥) (○); 3 (||) (■); 3 (⊥) (□).

тропии. Данные измерений, приведенные на рис. 2, 3 и в табл. 1, свидетельствуют о наличии более или менее значительной анизотропии пластичности и предела текучести как в КЗ, так и НС титане. Эта анизотропия проявляется в зависимости механических характеристик изученных образцов от ориентации оси сжатия по отношению к оси прутков, из которых вырезали образцы (последняя совпадала с направлением РКУП и прокатки в процессе приготовления прутков). При 4,2 К предел текучести, коэффициент упрочнения, параметры скачкообразной деформации анизотропны. Одной из количественных характеристик такой анизотропии может служить коэффициент анизотропии  $\psi$  для предела текучести:

$$\psi = \frac{\sigma_{y\perp} - \sigma_{y\parallel}}{\sigma_{y\parallel}} \quad (2)$$

Величины  $\psi$  для всех типов изученных образцов и температур деформирования приведены в табл. 2.

Таблица 2

Коэффициент анизотропии  $\psi$  для предела текучести поликристаллов титана, а также его величина  $\psi^0$  для гипотетического состояния материала без внутренних напряжений термической анизотропии (см. разд. 3.3.3)

Состояние	$\psi$			$\psi^0$	
	300 К	77 К	4,2 К	77 К	4,2 К
1	0,14	0,15	0,06	0,12	0,05
2	0,34	0,53	0,18	0,63	0,27
3	0,14	0,17	0,07	0,15	0,06

Для более наглядной иллюстрации эффекта анизотропии приведем графики температурных зависимостей  $\psi$  для каждого из структурных состояний, построенные по данным табл. 2 (рис. 4).

Обращает на себя внимание, что для исходного состояния 1, которое было получено без РКУП, анизотропия невелика, коэффициент анизотропии  $\psi_1$  мало изменяется с температурой и при 4,2 К составляет только 6%. Анизотропия предела текучести существенно выше для структурного состояния 2, для которого характерна вытянутость зерен вдоль оси РКУП [23]. Температурная зависимость  $\psi_2$  имеет немонотонный характер: при 77 К значение  $\psi_2$  достигает 53%, существенно превышая анизотропию при 300 и 4,2 К. Для структурного состояния 3, которое

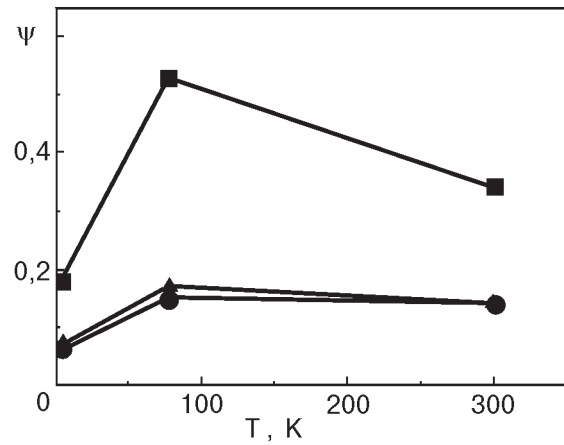


Рис. 4. Температурные зависимости коэффициента анизотропии  $\psi$  для различных структурных состояний Ti: 1 (●), состояния 2 (■), 3 (▲).

получено из состояния 2 прокаткой и кратковременным отжигом, анизотропия, наведенная РКУП, практически устранена в результате фрагментирования вытянутых зерен прокаткой. Поэтому коэффициент анизотропии  $\psi_3$  сравнительно мал, и его величина близка к  $\psi_1$  при всех изученных температурах.

Эффекты анизотропии, отраженные в табл. 1 и 2, а также на рис. 2–4, могут иметь разнообразные физические причины:

- а) анизотропия формы зерен, вытянутых вдоль оси РКУП [23];
- б) кристаллографическая текстура в объеме зерен после РКУП [24] и связанная с этим анизотропия внутриверенных пластических сдвигов, обусловленная большой пластической анизотропией кристаллической решетки титана [25];
- в) сложная система внутренних напряжений, обусловленных как РКУП, так и большой анизотропией коэффициента теплового расширения зерен при низких температурах [15];
- г) полярность механического двойникования, которое может давать вклад в деформацию и accommodation внутренних напряжений;
- д) полярность движения зернограницных дислокаций [22].

3.3.2. Внутренние напряжения в зернах, возникающие при охлаждении вследствие анизотропии теплового расширения титана. Анализ описанной в разд. 3.3.1 немонотонной температурной зависимости коэффициента анизотропии  $\psi_2(T)$  НС титана в структурном состоянии 2 позволяет заключить, что одной из существенных причин анизотропии может быть совместное влияние двух факторов:

— кристаллографической текстуры, максимально выраженной в состоянии 2;

— возникновением в зернах в процессе охлаждения ниже 300 К внутренних микронапряжений, обусловленных анизотропией теплового расширения титана при низких температурах [15].

Такие напряжения получили название напряжений термической анизотропии, они обычно возникают в поликристаллах материалов с некубической симметрией из-за того, что зерна при изменении температуры изменяют свои размеры неодинаково в разных кристаллографических направлениях [26]. Величину и знак этих микроструктурных внутренних напряжений можно оценить согласно методу, предложенному Лихачевым [27].

Величины главных компонент тензора внутренних напряжений термической анизотропии  $\sigma_{ik}^{th}(T)$ , возникающих в отдельном зерне поликристаллического титана при охлаждении от комнатной температуры 300 К до температур жидкого азота 77 К и жидкого гелия 4,2 К, вычислены в Приложении с использованием наиболее достоверных данных [15] о коэффициенте теплового расширения монокристаллов титана при 300–4,2 К и его анизотропии. Они приведены в табл. 3 (см. Приложение). Вычисления выполнены на основе метода Лихачева [27] для случая ГПУ структуры, которой обладает титан. Охлаждение сопровождается появлением в зерне сжимающего напряжения  $\sigma_{33}^{th}(T) < 0$  вдоль кристаллографического направления [0001] (ось 6-го порядка) и одинаковых по величине растягивающих напряжений  $\sigma_{11}^{th}(T) = \sigma_{22}^{th}(T) > 0$  вдоль перпендикулярных направлений  $[\bar{1}, 2, \bar{1}, 0]$  и  $[1, 0, \bar{1}, 0]$ .

Известно, что в прутках титана, подвергнутых РКУП (структурное состояние 2), возникает кристаллографическая текстура, при которой ось 6-го порядка в зернах оказывается преимущественно ориентированной перпендикулярно оси РКУП [24]. Поэтому вычисленные нами величины внутренних напряжений термической

анизотропии должны с неизбежностью входить в измеренные экспериментально величины  $\sigma_{y\perp}$  и  $\sigma_{y\parallel}$  для состояния 2 при низких температурах:

$$\sigma_{y\parallel} = \sigma_{y\parallel}^0 + \eta \sigma_{11}^{th}, \quad \sigma_{y\perp} = \sigma_{y\perp}^0 + \eta \sigma_{33}^{th}. \quad (3)$$

В этих выражениях использованы обозначения:  $\sigma_{y\parallel}^0$  и  $\sigma_{y\perp}^0$  — величины пределов текучести для параллельной и перпендикулярной ориентаций образца в отсутствие внутренних напряжений термической анизотропии;  $\eta$  — коэффициент, учитывающий уменьшение  $\sigma_{ik}^{th}$  вследствие наличия текстуры. Согласно рекомендации, высказанной в [27], будем при анализе наших экспериментальных данных полагать:  $\eta = 1$  для слабо текстурированных структурных состояний 1 и 3;  $\eta = 0,3$  для текстурированного структурного состояния 2.

Величины  $\sigma_{y\parallel}^0$  и  $\sigma_{y\perp}^0$ , характеризующие пределы текучести титана, которые он имел бы при отсутствии внутренних напряжений термической анизотропии, вычислены из соотношений (3) по данным табл. 1 и 3 и приведены в табл. 1 в круглых скобках. В табл. 2 приведены соответствующие величины перенормированного коэффициента анизотропии  $\psi^0$  для гипотетического состояния материала без внутренних напряжений термической анизотропии:

$$\psi^0 = \frac{\sigma_{y\perp}^0 - \sigma_{y\parallel}^0}{\sigma_{y\parallel}^0}. \quad (4)$$

Учет микроструктурных напряжений термической анизотропии не только не устранил максимум  $\psi_2$  при 77 К, но и увеличил его (см. табл. 2). Таким образом, напряжения термической анизотропии не являются причиной немонотонной температурной зависимости коэффициента анизотропии  $\psi_2$  титана для структурного состояния 2, а зависимость  $\psi^0(T)$  имеет качественно одинаковый характер для всех трех структурных состояний. Повышенная величина  $\psi$  для состояния 2

Таблица 3

Величины упругих констант титана  $c_{ik}$ , интеграла  $I(T)$  и рассчитанных главных напряжений термической анизотропии  $\sigma_{11}^{th}$  и  $\sigma_{33}^{th}$  при 77 и 4,2 К

T, К	$c_{11}$ , ГПа	$c_{12}$ , ГПа	$c_{13}$ , ГПа	$c_{33}$ , ГПа	$c_{11}^{(0)} - c_{12}^{(0)}$ , ГПа	I	$\sigma_{33}^{th}$ , МПа	$\sigma_{11}^{th} = \sigma_{22}^{th}$ , МПа
300	162,4	91,3	65,3	180,7	81	0	0	0
77	174,7	86,6	67,9	189,3	100,6	$3,3 \cdot 10^{-3}$	-200	52
4,2	176,1	86,9	68,3	190,5	102,6	$4,0 \cdot 10^{-3}$	-250	64



наблюдается и при 300 К, т. е. в отсутствие охлаждения. Это может быть обусловлено:

— влиянием внутренних напряжений, вводимых РКУП (величина и знак этих напряжений могли бы быть измерены рентгенографически);

— возможностью микродвойникового, а также зернограницных сдвигов в двойниковом направлении при сжатии образцов «параллельной» ориентации в состоянии 2 (перпендикулярно оси 6-го порядка [28]). Это объясняет и малое количество скачков, т.е. затрудненность возникновения зернограницных сдвигов в образцах «перпендикулярной» ориентации состояния 2.

Малая анизотропия предела текучести  $\sigma_y$  в состояниях 1 и 3 (см. табл. 2 и рис. 4) может свидетельствовать об отсутствии заметной текстуры. В этом случае естественно предположить, что из хаотически ориентированных зерен в первую очередь на пределе текучести деформируются зерна с благоприятно ориентированными (вдоль оси сжатия) сжимающими главными напряжениями  $\sigma_{33}$ . При этом  $\sigma_y = \sigma_y^0 + \sigma_{33}^{th}$  для всех ориентаций оси сжатия. Учет напряжений термической анизотропии в этом случае (см. табл. 2) практически не влияет на величину коэффициента анизотропии:  $\psi \cong \psi^0$ .

Таким образом, максимум анизотропии условного предела текучести титана при 77 К, наблюдаемый для структурного состояния 2, не связан с внутренними напряжениями термической анизотропии. По-видимому, он обусловлен возможным вкладом микродвойникового, которое возможно в образцах «параллельной» ориентации, но запрещено в образцах «перпендикулярной» ориентации.

### 3.4. Зависимость предела текучести НС титана от размера зерна

Как известно, для поликристаллов зависимость предела текучести  $\sigma_y$  от среднего размера зерна  $d$  во многих случаях хорошо описывается соотношением Холла–Петча

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{1/2} . \quad (5)$$

Это соотношение справедливо для отожженных КЗ поликристаллов в широком интервале размеров зерен, но нарушается при  $d \lesssim 100$  нм [29]. В [29–31] отмечали, что это может быть обусловлено специфической структурой границ столь малых зерен, а также внутренними напряжениями в материалах, полученных РКУП.

В случае изученных в настоящей работе структурных состояний титана вид зависимости  $\sigma_y(d)$  может усложняться как внутренними напряже-

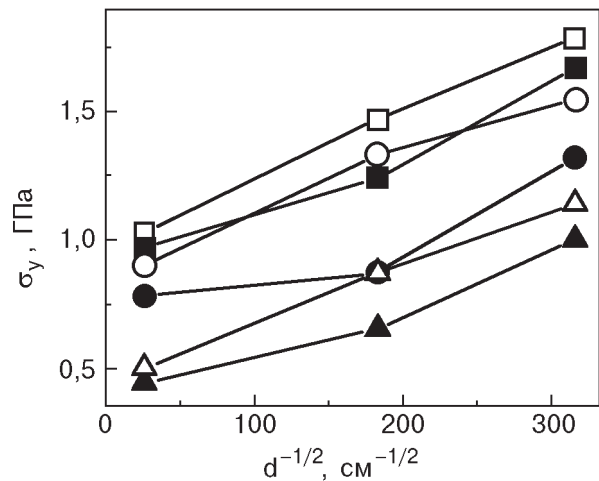


Рис. 5. Зависимость низкотемпературного предела текучести  $\sigma_y$  титана от величины среднего размера зерна  $d$  при сжатии вдоль (||) и поперек (⊥) оси РКУП: 300 К (||) (▲); 300 К (⊥) (△); 77 К (||) (○); 77 К (⊥) (□); 4,2 К (||) (■); 4,2 К (⊥) (◻).

ниями, возникшими вследствие РКУП, так и возможным возникновением микродвойников в аксиально текстурированном состоянии 2 в образцах «параллельной» ориентации и запретом их образования в образцах «перпендикулярной» ориентации.

Построенные на основе данных табл. 1 графики зависимостей  $\sigma_y(d)$  в координатах « $\sigma_y - d^{1/2}$ » показаны на рис. 5. Видно, что соотношение (5) удовлетворительно выполняется только при 300 и 4,2 К для образцов титана «перпендикулярной» ориентации (зависимости « $\sigma_y - d^{1/2}$ » прямолинейны). В остальных случаях наблюдаются заметные отклонения от соотношения Холла–Петча, обусловленные величинами  $\sigma_y$  для образцов со структурным состоянием 2 ( $d = 0,3$  мкм).

Таким образом, значительное отклонение от закона Холла–Петча в титане мы наблюдаем для образцов «параллельной» ориентации, где в структурном состоянии 2 величина  $\sigma_{y||}$  оказывается заниженной. Это может быть следствием возможности двойникового при сжатии аксиально-текстурированного титана перпендикулярно оси 6-го порядка [28]. Для образцов титана «перпендикулярной» ориентации (сжатие параллельно оси 6-го порядка в состоянии 2) двойникование невозможно [28].

Наблюдаемое увеличение  $\sigma_{y||}$  при уменьшении размера зерна можно рассматривать как косвенное свидетельство преимущественного вклада внутризеренного скольжения в деформацию наноструктурного титана на пределе текучести.

### 3.5. Низкотемпературное сдвиговое разрушение НС титана как следствие неустойчивого пластического сдвига

О сдвиговом разрушении путем катастрофического соскальзывания одной части образца относительно другой при низкотемпературном квазистатическом сжатии образцов наноструктурного титана впервые мы сообщили в работах [2,32]. Это явление наблюдалось не только при 77 и 4,2 К: при сжатии образцов НС титана в структурном состоянии 3 перпендикулярно оси РКУП катастрофический сдвиг удалось наблюдать и при 300 К. В то же время, неустойчивый пластический сдвиг никогда не удается наблюдать при квазистатическом сжатии крупнозернистого титана (структурное состояние 1). Поэтому естественно рассматривать обнаруженный неустойчивый пластический сдвиг как явление, присущее НС титану.

Ранее неустойчивый пластический сдвиг наблюдали при низкотемпературном квазистатическом сжатии стержней объемных металлических стекол [33–35], а также при растяжении тонких лент металлических стекол [36]. Неустойчивость сдвига объясняли спецификой его распространения вдоль межкластерных границ как характерного элемента структуры металлических стекол. Стабильное распространение сдвига на большие расстояния может нарушаться неблагоприятно ориентированным тройным стыком границ, наличие которого обусловлено случайной ориентацией поликластеров [37]. Высокое напряжение (порядка  $G/10$  [38], где  $G$  — модуль сдвига), необходимое для преодоления такого тройного стыка, определяет последующее высокоскоростное распространение макроскопического сдвига. Этим объясняется ярко выраженный динамический характер низкотемпературного пластического сдвига в металлических стеклах: даже в условиях квазистатического деформирования макроскопический сдвиг распространяется с околозвуковой скоростью [36] и сопровождается излучением звукового импульса большой интенсивности.

Явление сдвигового разрушения НС титана при сжатии мы наблюдали при величинах сжимающих напряжений от 1,4 до 2,4 ГПа. Поверхности сдвигового разрушения, по которым происходило соскальзывание одной части образца относительно другой, ориентированы под углом около  $45^\circ$  к оси сжатия (рис. 6,а) подобно тому, как это наблюдается при сжатии стержней объемных металлических стекол (рис. 6,б) [34,35]. Изучение морфологии поверхностей разрушения

с помощью сканирующего электронного микроскопа выявило характерный «венный» узор на всех поверхностях сдвигового разрушения.

В металлических стеклах «венный» узор является следствием менисковой нестабильности при разрыве локально разогретого до квазижидкого [39] (сверхпластичного [40]) состояния материала в полосе катастрофического сдвига, предшествующей разрушению. Локальный адиабатический разогрев до предплавильных температур в этой полосе обусловлен спецификой процесса диссипации работы пластического сдвига: локальное

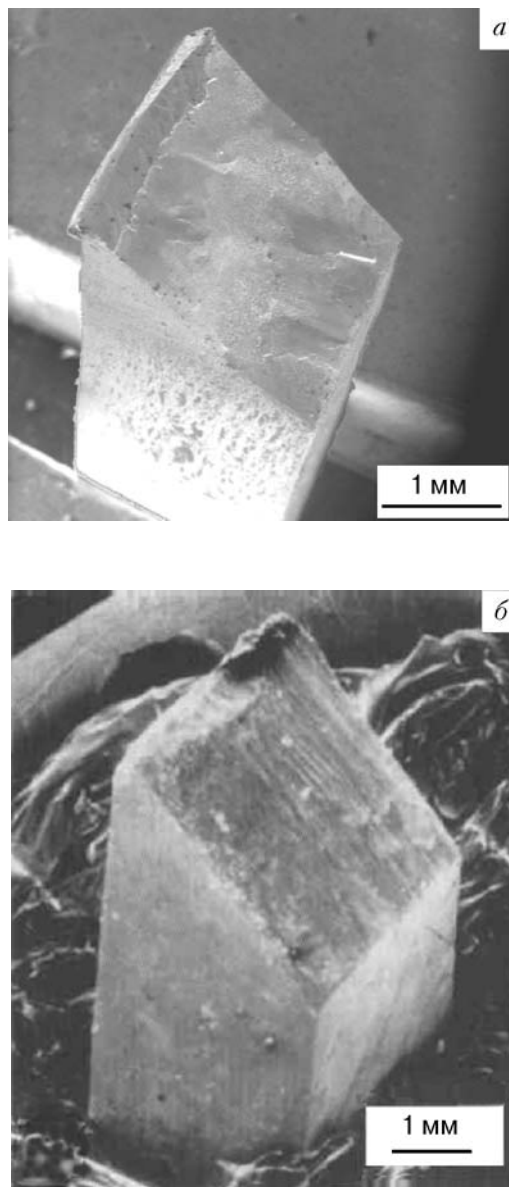


Рис. 6. Общий вид образца после сдвигового разрушения при квазистатическом одноосном сжатии: НС титан в состоянии 3, деформация перпендикулярно оси РКУП при 4,2 К (а); объемное металлическое стекло  $Zr_{41,2}Ti_{13,8}Ni_{10}Cu_{12,5}Be_{22,5}$  [34,35], деформация при 300 К (б).

тепловыделение имеет большую величину вследствие околосвуковой скорости сдвига, высокого разрушающего напряжения и малой теплопроводности материала [33–36]. Аналогичные физические условия в полосе сдвига реализуются и в случае НС титана: высокое разрушающее напряжение, околосвуковая скорость пластического сдвига, малая теплопроводность материала. Поэтому наблюдаемый «венный» узор на поверхности сдвигового разрушения НС титана можно рассматривать как косвенное свидетельство сильного локального разогрева.

Обнаруженный «венный» узор на поверхностях разрушения образцов НС титана обладает характерными особенностями, которые целесообразно обсудить более подробно. Прежде всего

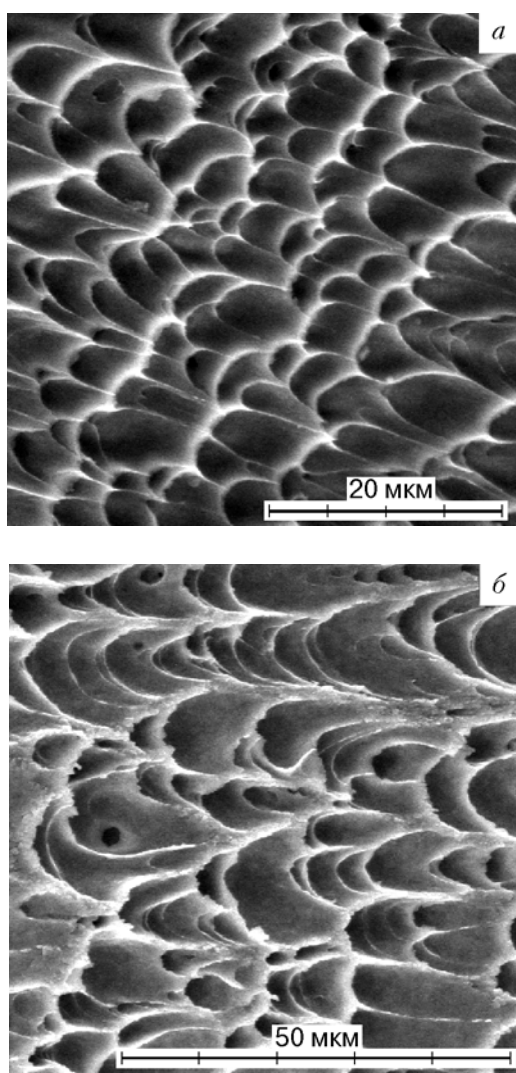


Рис. 7. Морфология «венного» узора на поверхностях сдвигового разрушения НС титана в состоянии 3 при 4,2 К: гладкие «вены» (а); «вены» с шероховатостями, обусловленными расслоением по границам зерен (б).

необходимо отметить неоднородность наблюдавшегося «венного» узора: в отдельных областях поверхности разрушения «вены» гладкие, они аналогичны наблюдающимся на поверхности разрушения металлических стекол (рис. 7,а); в других областях — вены с шероховатой поверхностью (рис. 7,б).

Пространственное распределение «вен» различно в образцах, ориентированных вдоль и поперек оси РКУП. В [2] было продемонстрировано, что в структурном состоянии 3 после сдвигового разрушения при 77 К распределение «вен» более однородно в образцах, ориентированных вдоль, чем поперек оси РКУП. Такой результат может быть следствием более однородного адиабатического разогрева и более равномерного распространения катастрофического сдвига в первом случае ( $\parallel$ ) по сравнению со вторым ( $\perp$ ). Аналогичная картина наблюдается и при 300 К, но при этом пространственные неоднородности имеют несколько различных масштабов: от 0,3–0,1 мм (см. рис. 8,а,б) до 0,01–0,005 мм (рис. 8,в). Рассматриваемые неоднородности могут быть следствием неравномерного распределения микроструктурных внутренних напряжений и обусловленного этой неоднородностью разброса скоростей локального сдвига и величины локального разогрева.

В отличие от объемных металлических стекол на поверхности сдвигового разрушения НС титана нет свидетельств локального плавления, в частности, отсутствуют затвердевшие капли расплава. Это обусловлено тем, что температура плавления титана (1668 °С) значительно выше, чем температуры плавления металлических стекол. Поэтому плавление на поверхности сдвигового разрушения НС титана не происходит.

При больших увеличениях в областях поверхности сдвигового разрушения, где вены имеют шероховатую поверхность (рис. 7,б), удается наблюдать отдельные зерна: такое расслоение НС титана на отдельные зерна показано на рис. 9,а,б. Этот эффект может быть вызван высокотемпературным зернограничным проскальзыванием (развивающимся при 800–940 °С [41] и приводящим к микрозеренной сверхпластичности титана) или быть следствием локального разогрева до температуры  $\alpha$ - $\beta$  фазового превращения (882,5 °С), когда переход из ГПУ в ОЦК решетку сопровождается уменьшением удельного объема титана [25] и локализованным сдвигом в этой области температур. Пластическая деформация при температуре этого полиморфного превращения должна сопровождаться разрыхлением мате-

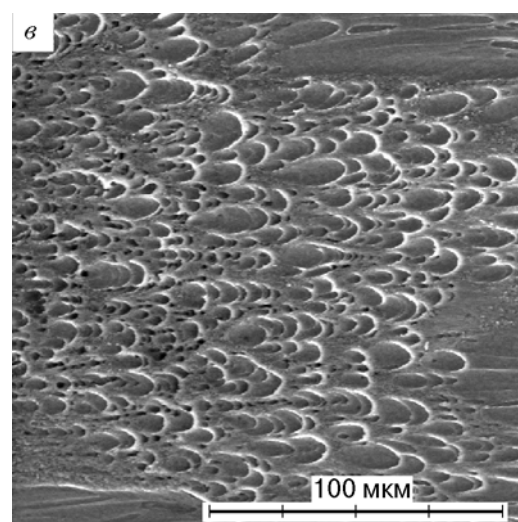
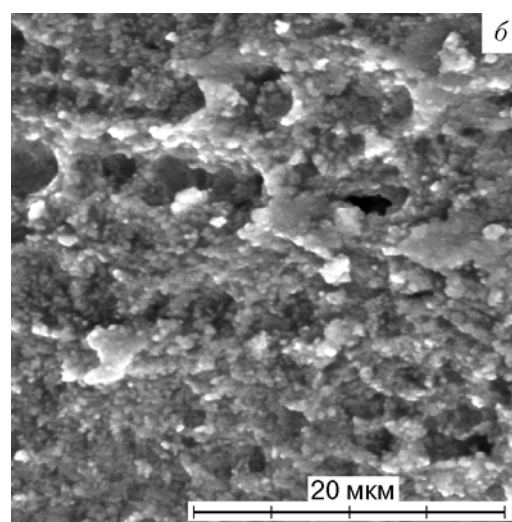
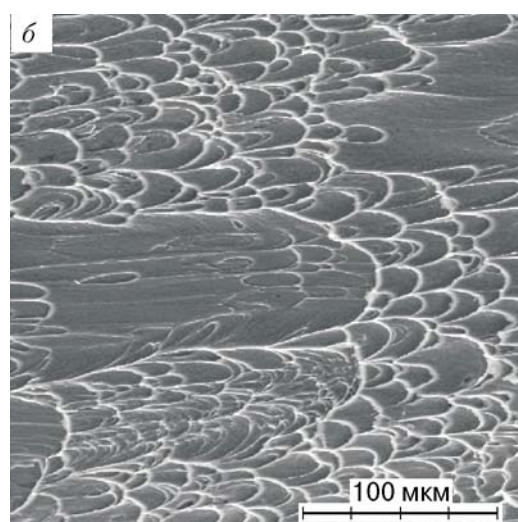
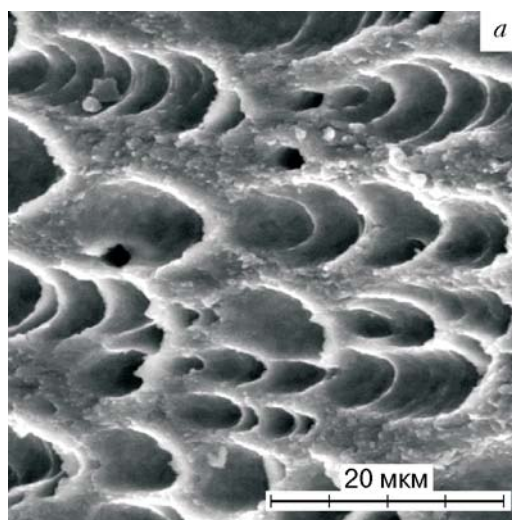
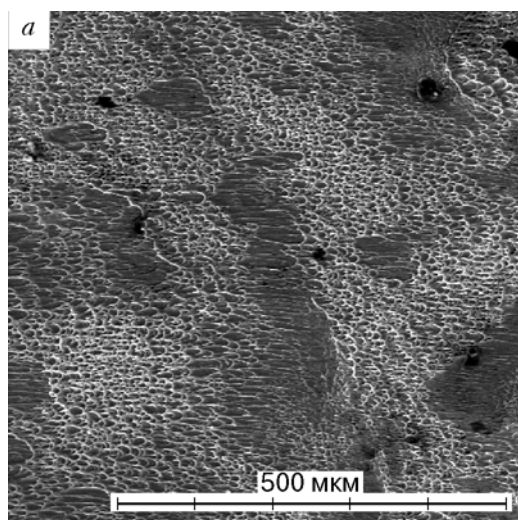


Рис. 8. Разный масштаб неоднородностей «венного» узора, наблюдаемых на поверхности сдвигового разрушения НС титана в состоянии З при сжатии перпендикулярно оси РКУП при 4,2 К: 0,3–0,1 мм (а,б); 0,01–0,005 мм (в).

Рис. 9. Шероховатости «венного» узора НС титана, обусловленные отдельными зернами (а). Отдельные зерна на поверхности сдвигового разрушения НС титана, проявившиеся (предположительно) вследствие сдвигового разрушения при локальном нагреве в области температуры  $\alpha$ - $\beta$  фазового перехода (б).

риала, данное явление объясняет разделение зерен по их границам в полосе катастрофического сдвига. Однако эта гипотеза требует дальнейшей проверки в будущем.

Качественное теоретическое рассмотрение процесса распространения неустойчивого пластического сдвига в НС титане [32] позволяет предположить, что при больших пластических деформациях возможно неустойчивое макроскопическое распространение локализованного зернограницного сдвига путем высокоскоростного движения зернограницных дислокаций; такой процесс должен приводить к вязкому сдвиговому разрушению НС титана. Можно ожидать, что следующий анализ динамического поведения дис-

локационных ансамблей в НС титане позволит связать обнаруженную неустойчивость пластического сдвига с особенностями зернограничного проскальзывания.

Нестабильный пластический сдвиг, приводящий к сдвиговому разрушению, наблюдается при квазистатическом одноосном сжатии только НС титана и не зарегистрирован при сжатии КЗ титана. Качественное объяснение такого различия дают феноменологический критерий возникновения катастрофического адиабатического разогрева при деформации [7] и зарегистрированное в наших экспериментах различие величин производных  $\partial\sigma_y/\partial T$  для КЗ и НС титана в области низких температур (см. разд. 3.2). Согласно [7], при растяжении катастрофический сдвиг возникает вследствие нарастающего локального разогрева при условии

$$\varepsilon > \varepsilon_c = - \frac{C\theta}{\partial\sigma_y/\partial T} \Big|_{\varepsilon\dot{\varepsilon}}, \quad (6)$$

где  $C$  – удельная теплоемкость единицы объема,  $\theta = \partial\sigma/\partial\varepsilon|_{\varepsilon\dot{\varepsilon}}$  – коэффициент упрочнения в формуле (1). Если применить феноменологический критерий (6) к случаю сжатия, то из него следует, что склонность к нестабильному пластическому сдвигу повышается при переходе от КЗ к НС титану вследствие возрастания абсолютной величины  $\partial\sigma_y/\partial T|_{\varepsilon\dot{\varepsilon}}$

### Выводы

В настоящей работе проведено систематическое изучение низкотемпературной пластичности и разрушения ультрамелкозернистой структурной модификации поликристаллического титана – так называемого наноструктурного титана, приготовленного методом равноканального углового прессования. Исходным материалом для получения НС титана был крупнозернистый поликристалл. Задачами исследования являлось сравнение низкотемпературных величин механических параметров КЗ и НС модификаций титана, а также установление единства и различия микромеханизмов деформации и разрушения этих структурных состояний в условиях низких температур. Измерения выполнены методом квазистатического одноосного сжатия при температурах 300, 77 и 4,2 К. Полученные результаты и их анализ позволили сделать следующие основные выводы:

– уменьшение размера зерна при переходе от КЗ к НС титану приводит к значительному повышению предела текучести (в 1,5–2 раза) и пони-

жению ресурса пластичности во всем изученном интервале температур (300–4,2 К);

– кривая деформационного упрочнения НС титана при низких температурах имеет одну линейную стадию и существенно отличается от параболической или многостадийной кривой упрочнения КЗ титана;

– наблюдаемые закономерности пластического течения НС титана при низких температурах соответствуют источниковой модели деформации и упрочнения, согласно которой первичные микроскопические полосы скольжения возникают в объеме материала статистически независимо и дают одноразовый («дискретный») вклад в деформацию;

– образцы НС титана, полученные методом РКУП, имеют определенную текстуру, что проявляется в зависимости величины предела текучести от ориентации оси сжатия по отношению к оси РКУП;

– зависимости предела текучести НС титана от размера зерна свидетельствуют о преимущественном вкладе внутризеренного скольжения в деформацию на пределе текучести, а наблюдаемые особенности обусловлены возможностью микродвойникования в некоторых условиях;

– пластическая деформация НС титана при низких температурах имеет термически активированный характер, что наблюдается и для КЗ титана, но количественные различия пределов текучести и температурных чувствительностей деформирующего напряжения приводят к заключению о различных вкладах внутризеренного и межзеренного скольжения, а также двойникования в деформацию этих структурных модификаций титана;

– в условиях низких температур разрушение НС титана при одноосном сжатии происходит в результате распространения неустойчивого пластического сдвига, который сопровождается локальным адиабатическим разогревом материала;

– электронно-микроскопическое изучение морфологии поверхности сдвигового разрушения НС титана выявляет специфический «венный» узор, анализ которого позволяет получить оценку для температуры локального разогрева порядка или выше 800 °С;

– явление хладноломкости для НС титана не наблюдалось вплоть до температуры жидкого гелия, а соотношение величин предела текучести и ресурса пластичности позволяет отнести НС титан к перспективным конструкционным материалам криогенной техники.

В заключение отметим, что в настоящей работе мы имели возможность измерить низкотемпературные механические характеристики НС титана только при трех значениях температуры. Данное обстоятельство не позволило провести детальный термоактивационный анализ пластичности и однозначно установить микроскопические механизмы, определяющие пластическое течение этого материала: тип дислокаций, механизм их зарождения, природу и параметры барьеров, тормозящих скольжение и т.п. Такое исследование предполагается выполнить в дальнейшем. Предполагаемые эксперименты должны включать в себя детальные измерения температурных зависимостей предела текучести и скоростной чувствительности деформирующего напряжения, а также термоактивационный анализ этих зависимостей по схеме, ранее реализованной для КЗ титана [17]. Предполагается также электронно-микроскопическое исследование деформированного НС титана с целью выяснения возможного возникновения микродвойников.

Авторы благодарны В. Оцелику, В. Н. Ковалевой, В. А. Москаленко и С. Н. Смирнову за содействие этой работе и плодотворные обсуждения ее результатов, а также О. И. Юзефович и С. В. Бенгусу за помощь в изготовлении компьютерной версии рисунков.

Настоящая работа выполнена при частичной поддержке проектов INTAS-99-01741, INTAS-2001-nano-320 и VEGA 2101.

### Приложение

#### *Микроструктурные внутренние напряжения, обусловленные анизотропией теплового расширения зерен*

В поликристаллах материалов с некубической симметрией при изменении температуры возникают микроструктурные термоупругие напряжения, обусловленные анизотропией теплового расширения отдельных зерен [26]. Подробный количественный анализ этого эффекта впервые был выполнен Лихачевым [27], который назвал такие напряжения внутренними напряжениями термической анизотропии. Для оценки величины компонент  $\sigma_{ik}^{th}$  тензора напряжений термической анизотропии Лихачев рассмотрел задачу о термоупругих напряжениях в анизотропном зерне, погруженном в эффективную изотропную среду, которая моделирует поликристаллическую матрицу, окружающую зерно [27]. В работе [27] рассматривали в основном вопрос о напряжениях  $\sigma_{ik}^{th}$ , возникающих при нагреве поликристаллов

выше комнатной температуры, но полученные Лихачевым результаты можно использовать с небольшими изменениями и для оценок микроструктурных напряжений  $\sigma_{ik}^{th}$ , возникающих при охлаждении поликристаллов титана от комнатной температуры до температур жидкого азота и гелия.

Для вычисления компонент тензора напряжений термической анизотропии в случае кристаллов гексагональной сингонии в [27] была использована прямоугольная (ортогексагональная [42]) система координат с осями  $x_1$  и  $x_2$ , ориентированными вдоль направлений  $[1,2,\bar{1},0]$  и  $[1,0,\bar{1},0]$ , а ось  $x_3$  — вдоль кристаллографического направления  $[0,0,0,1]$  (ось 6-го порядка). В этих координатах приращения диагональных компонент  $\sigma_{ii}^{th}$ , обусловленные малыми приращениями температуры  $\Delta T$ , имеют вид

$$\begin{aligned} \Delta\sigma_{11}^{th} = \Delta\sigma_{22}^{th} &= \\ &= \frac{(c_{11} + c_{12} - 2c_{13})(\alpha_3 - \alpha_1)}{3[1 + \frac{1}{2}(c_{11} + c_{12} + c_{13})/(c_{11}^{(0)} - c_{12}^{(0)})]} \Delta T, \end{aligned} \quad (\text{П.1})$$

$$\Delta\sigma_{33}^{th} = \frac{4(c_{13} - c_{33})(\alpha_3 - \alpha_1)}{3[1 + \frac{1}{2}(c_{11} + c_{12} + c_{13})/(c_{11}^{(0)} - c_{12}^{(0)})]} \Delta T. \quad (\text{П.2})$$

Здесь  $c_{11}$ ,  $c_{12}$ ,  $c_{13}$  и  $c_{33}$  — упругие константы ГПУ монокристалла;  $c_{11}^{(0)}$  и  $c_{12}^{(0)}$  — усредненные упругие константы поликристаллической среды, окружающей зерно;  $\alpha_3$  и  $\alpha_1$  — коэффициенты теплового расширения параллельно и перпендикулярно оси 6-го порядка.

При температурах выше комнатной  $\alpha_3$  и  $\alpha_1$ , как правило, изменяются мало [43] и разность  $\alpha_3 - \alpha_1$  можно считать постоянной, однако ниже 300 К  $\alpha_3$  и  $\alpha_1$  существенно зависят от температуры. Поэтому при использовании выражений (П.1) и (П.2) для вычисления  $\sigma_{ii}^{th}(T)$  в случае охлаждения от 300 К до некоторой температуры  $T$  приращение  $(\alpha_3 - \alpha_1)\Delta T$  должно быть заменено на интеграл

$$I(T) = \int_{300}^T [\alpha_3(\xi) - \alpha_1(\xi)] d\xi. \quad (\text{П.3})$$

Интеграл  $I(T)$  для титана найден нами численно по данным о зависимости  $\alpha(T)$  из [15]. Его величина претерпевает наибольшее изменение в интервале температур 300–40 К, а при дальнейшем охлаждении изменяется мало. Величины  $I$  для 77

и 4,2 К приведены в табл. 3, где указаны также значения упругих констант титана (найденные экстраполяцией данных [44] от 77 и 4 К) и  $c_{11}^{(0)} - c_{12}^{(0)}$  [25] для эффективной изотропной среды. Значения  $c_{11}^{(0)} - c_{12}^{(0)}$  [25] получены экстраполяцией от 300 К с использованием температурной зависимости величины  $c_{11} - c_{12}$  [44].

Вычисленные по описанной выше схеме величины главных напряжений термической анизотропии  $\sigma_{11}^{\text{th}} = \sigma_{22}^{\text{th}}$  и  $\sigma_{33}^{\text{th}}$  при 77 и 4,2 К приведены в двух последних колонках табл. 3. Видно, что  $\sigma_{33} < 0$ , а  $\sigma_{11}$  и  $\sigma_{12} > 0$ , т.е. при охлаждении от комнатной температуры каждое зерно титана подвергается сжимающим напряжениям вдоль оси 6-го порядка и растягивающим напряжениям в перпендикулярном направлении. Необходимо отметить, что напряжения  $\sigma_{11}^{\text{th}}$  и  $\sigma_{33}^{\text{th}}$  в табл. 3 вычислены в предположении отсутствия кристаллографической текстуры в поликристалле. При наличии текстуры эти величины в 2–3 раза меньше [27].

1. *Investigations and Applications of Severe Plastic Deformation*, Т. С. Lowe and R. Z. Valiev (eds.), NATO Science Ser. 3. *High Technology* **80**, Kluwer Academic Publishers, Dordrecht (2000), p. 394.
2. E. D. Tabachnikova, V. Z. Bengus, V. V. Stolyarov, G. I. Raab, R. Z. Valiev, K. Csach, and J. Miskuf, *Mater. Sci. Eng.* **A309-310**, 524 (2001).
3. D. Jia, Y. M. Wang, K. T. Ramesh, E. Ma, Y. T. Zhu, and R. Z. Valiev, *Appl. Phys. Lett.* **79**, 611 (2001).
4. E. W. Collings, *The Physical Metallurgy of Titanium Alloys*. American Society for Metals, Metals Park (1984), p. 223.
5. Р. А. Ульянов, В. А. Москаленко, *Металловедение и термическая обработка металлов*, № 10, 48 (1966).
6. S. Nemat-Nasser, W. G. Guo, and J. Y. Cheng, *Acta Mater.* **47**, 3705 (1999).
7. M. R. Staker, *Acta Metall.* **29**, 683 (1981).
8. Ю. Р. Колобов, Р. З. Валиев, Г. П. Грабовецкая, А. П. Жилаев, Е. Ф. Дударев, К. В. Иванов, М. Б. Иванов, О. А. Кашин, Е. В. Найденкин, *Зернограничная диффузия и свойства наноструктурных материалов*, Наука, Новосибирск (2001).
9. D. Jia, K. T. Ramesh, and E. Ma, *Scripta Mater.* **42**, 73 (2000).
10. V. A. Moskalenko, V. I. Startsev, and V. N. Kovaleva, *Cryogenics* **20**, 503 (1980).
11. В. Н. Ковалева, В. А. Москаленко, В. И. Старцев, *ФММ* **52**, 391 (1981).
12. В. И. Еремин, В. Н. Ковалева, В. А. Москаленко, в кн.: *Криогенные материалы и их сварка*, К. А. Ющенко, Д. А. Вигли (ред.), Наукова думка, Киев (1986), с. 74.
13. V. Z. Bengus, *J. Phys. IV France* **11**, Pr5-237 (2001).
14. A. Vinogradov, *Scripta Mater.* **39**, 797 (1998).
15. В. И. Нижанковский, М. И. Кацнельсон, Г. В. Песчанских, А. В. Трефилов, *Письма в ЖЭТФ* **59**, 693 (1994).
16. V. N. Kovaleva and V. A. Moskalenko, *Cryogenics* **29**, 1002 (1989).
17. V. N. Kovaleva, V. A. Moskalenko, and V. D. Natsik, *Philos. Mag.* **A70**, 423 (1994).
18. E. D. Levine, *Transactions of the Metallurgical Society of AIME* **234**, 1558 (1966).
19. M. Blicharski, S. Nonrbakhs, and J. Nutting, *Metal Science* **13**, 516 (1979).
20. В. В. Рыбин, *Большие пластические деформации и разрушение металлов*, Металлургия, Москва (1986).
21. J. Schiotz, T. Vegge, F. D. Di Tolla, and K. W. Jacobsen, *Phys. Rev.* **B60**, 11971 (1999).
22. А. Н. Орлов, В. Н. Перевезенцев, В. В. Рыбин, *Границы зерен в металлах*, Металлургия, Москва (1980).
23. I. Kim, W.-S. Jeong, J. Kim, K.-T. Park, and D. H. Shin, *Scripta Mater.* **45**, 575 (2001).
24. А. Р. Кильмаметов, В. В. Смоляров, Л. О. Шестакова, И. В. Александров, в кн.: *Структура и свойства нанокристаллических материалов*, П. Г. Талуц, Н. И. Носкова (ред.), Уро РАН, Екатеринбург (1999), с. 185.
25. U. Zwicker, *Titan und Titanlegierungen*, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York (1974).
26. W. Boas and R. W. K. Honeycombe, *Proc. R. Soc. London* **188**, 427 (1947).
27. В. А. Лихачев, *ФТТ* **3**, 1827 (1961).
28. М. В. Классен-Неклюдова, *Механическое двойникование кристаллов*, Изд-во АН СССР, Москва (1960).
29. M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, and T. G. Langdon, in: *Ultra Fine-Grained Materials Prepared by Severe Plastic Deformation*, R. Z. Valiev (ed.), *Ann. Chim.* **21**, 493 (1996).
30. R. Z. Valiev, in: *Investigations and Applications of Severe Plastic Deformations*, Т. С. Love and R. Z. Valiev (eds.), NATO Science Ser. 3. *High Technology* **80**, Kluwer Academic Publishers, Dordrecht (2000), p. 221.
31. G. T. Gray III, T. C. Lowe, C. M. Cady, R. Z. Valiev, and I. V. Alexandrov, *Nanostruct. Mater.* **9**, 477 (1997).
32. V. Z. Bengus, E. D. Tabachnikova, K. Csach, J. Miskuf, V. V. Stolyarov, R. Z. Valiev, V. Ocelik, and J. Th. M. De Hosson, in: *Science of Metastable and Nanocrystalline Alloys. Structure, Properties and Modelling*, A. R. Dinesen, and M. Eldrup (eds.), Riso National Laboratory, Roskilde, Denmark (2001), p. 217.
33. Е. Д. Табачникова, В. З. Бенгус, В. В. Молоканов, Т. Н. Михайлова, *ФТТ* **36**, 2335 (1994).

34. E. Tabachnikova, V. Bengus, J. Miskuf, K. Csach, V. Ocelik, W. Johnson, and V. Molokanov, *Materials Science Forum* 343-346, Proc. of ISMANAM-99, Trans. Tech. Publications, Switzerland (2000), p. 197.
35. V. Z. Bengus, E. D. Tabachnikova, J. Miskuf, K. Csach, V. Ocelik, W. L. Johnson, and V. V. Molokanov, *J. Mater. Science* **35**, 4449 (2000).
36. V. Z. Bengus, E. D. Tabachnikova, S. E. Shumilin, Y. I. Golovin, M. V. Makarov, J. Miskuf, K. Csach, and V. Ocelik, *Int. J. Rapid Solidification* **8**, 21 (1993).
37. A. S. Bakai, *Topics in Applied Physics* **72**, *Glassy Metals III*, H. Beck and H.-J. Gunterodt (eds.) Springer, Berlin (1994), p. 209.
38. А. С. Бакай, *Поликластерные аморфные тела*, Энергоатомиздат, Москва (1987).
39. A. Argon, *Glass Science and Technology* **5**, 79 (1980).
40. V. Bengus, E. Tabachnikova, K. Csach, J. Miskuf, and V. Ocelik, *Scripta Metallurgica et Materialia* **35**, 781 (1996).
41. Б. А. Колачев, В. А. Ливанов, А. А. Буханова, *Механические свойства титана и его сплавов*, Металлургия, Москва (1974).
42. Ч. С. Барретт, *Структура металлов*, Москва, Металлургиздат (1948).
43. С. И. Новикова, *Тепловое расширение твердых тел*, Наука, Москва (1974).
44. E. S. Fisher and C. J. Renken, *Phys. Rev.* **135**, A482 (1964).

Low temperature deformation and failure  
of bulk nanostructured titanium processed  
by severe plastic deformation through equal  
channel angular pressing

V. Z. Bengus, E. D. Tabachnikova, V. D. Natsik,  
J. Miskuf, K. Csach,  
V. V. Stolyarov, and R. Z. Valiev

Low temperature plasticity and failure of polycrystals of coarse-grained (CG) and nanostructured (NS) titanium of commercial purity are studied. The NS titanium was pre-

pared by equal channel angular pressing (ECAP) and subsequent thermomechanical treatment. Two structural modifications were prepared which had 0,3 and 0,1  $\mu\text{m}$  grains. The measurements were made at 300, 77 and 4,2 K under uniaxial compression at the strain rate of  $4 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . The work-hardening «stress-strain» curves were obtained; the macroscopic yield stress and the plasticity resource were measured for the samples compressed along and across the ECAP axis. The yield stress increased 1.5–2 times on changing from CG to NS titanium and on cooling from 300 to 4.2 K. Plasticity anisotropy was also observed in NS titanium when the compression axis orientation was changed from parallel to perpendicular – the yield stress increased 1.2–1.5 times. These changes in the sample structure and the experimental conditions reduced the plasticity resource systematically but the pre-failure strain was still above 4%. No cold brittleness was observed in NS titanium down to liquid helium temperature, though at 4.2 K the plastic flow became jump-like, as in CG titanium. It is found that under low temperature uniaxial compression, the failure of NS titanium is caused by unstable plastic shear leading to a local adiabatic heating-up of the material. This is not characteristic of CG titanium. Scanning electron microscopy of the shear failure surface morphology detected the characteristic «vein» pattern indicative of local heating to 800 °C and over. The analysis of the experimental results makes it possible to suggest that at low temperatures the plastic deformation in NS titanium is a thermally activated process, the yield stress is influenced significantly by the microstructural internal stresses induced by thermal anisotropy and by probable microtwinning.