

Микромеханические свойства моно- и поликристаллов чистого α -титана: анизотропия микротвердости, размерный эффект, влияние температуры (77–300 K)

С.В. Лубенец, А.В. Русакова, Л.С. Фоменко, В.А. Москаленко

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

Статья поступила в редакцию 16 июня 2017 г., опубликована онлайн 28 ноября 2017 г.

Изучены анизотропия микротвердости монокристаллов чистого α -Ti, размерный эффект при индентировании монокристаллов, крупнозернистого (CG) чистого и нанокристаллического (NC) VT1-0 титана, а также температурные зависимости микротвердости монокристаллов и CG Ti в интервале температур 77–300 K. Минимальное значение твердости выявлено при индентировании плоскости базиса (0001). Размерный эффект четко проявляется при индентировании монокристалла мягкого высокочистого йодидного титана и наименее выражен в образце нанокристаллического титана VT1-0. Показано, что размерный эффект можно описать в рамках модели геометрически необходимых дислокаций (ГНД), которая следует из градиентной теории пластичности. Для каждого материала определены величина истинной микротвердости и другие параметры модели ГНД. Температурная зависимость микротвердости согласуется с представлением о контролирующей роли рельефа Пайерлса в дислокационной термоактивированной пластической деформации чистого титана, что было ранее установлено и обосновано в макроскопических исследованиях на растяжение в интервале низких температур. Оценены значения энергии активации и активационного объема движения дислокаций в деформированной области под индентором.

Досліджено анізотропію микротвердості монокристалів чистого α -Ti, розмірний ефект при індентуванні монокристалів, крупнозернистого (CG) чистого та нанокристалічного (NC) VT1-0 титану, а також температурні залежності микротвердості монокристалів і CG Ti в інтервалі температур 77–300 K. Мінімальне значення твердості виявлено при індентуванні площини базису (0001). Розмірний ефект чітко проявляється при індентуванні монокристалла м'якого високочистого йодидного титану і найменше виражений у зразку нанокристалічного титану VT1-0. Показано, що розмірний ефект можна описати в межах моделі геометрично необхідних дислокацій (ГНД), яка витікає з градієнтної теорії пластичності. Визначено величину істинної микротвердості кожного матеріалу та інші параметри моделі ГНД. Температурна залежність микротвердості узгоджується з уявленнями про контролюючу роль рельєфу Пайерлса у дислокаційній термоактивованій пластичній деформації чистого титану, що було раніше встановлено та обґрунтовано в макроскопічних дослідженнях на розтяг в інтервалі низьких температур. Проведено оцінку значень енергії активації та активационного об'єму руху дислокацій в деформованій зоні під індентором.

PACS: 62.25.+g Механические свойства наномасштабных систем;
62.20.Qp Трение, трибология и твердость;
68.35.Gy Механические свойства, поверхностная деформация.

Ключевые слова: чистый α -титан, криопротатка, анизотропия микротвердости, размерный эффект при индентировании, геометрически необходимые дислокации, температурная зависимость микротвердости, низкие температуры.

1. Введение

Яркой особенностью поведения кристаллов с гексагональной плотно упакованной (ГПУ) решеткой при деформации является анизотропия их механических

свойств (упругости, пластичности, твердости). Анизотропия играет определяющую роль в пластичности не только монокристаллов и крупнозернистых поликристаллов, но и нанокристаллических материалов, что

связано с образованием текстуры в процессе дробления зерна методами интенсивной пластической деформации. Характер текстуры и динамика ее формирования зависят от степени неэквивалентности пластических и прочностных свойств кристалла в разных кристаллографических направлениях. Это указывает на необходимость получения количественных данных о механических характеристиках монокристаллов в зависимости от их ориентации, что важно для понимания особенностей деформации поликристаллических структур.

В исследовании ориентационной зависимости твердости крупнозернистого α -титана технической чистоты методом наноиндентирования в работе [1] обнаружено, что самой твердой является плоскость базиса, для которой твердость равна 2,73 ГПа. Это в два раза больше минимального значения твердости 1,34 ГПа, полученного при индентировании зерна, плоскость базиса которого составляла угол 90° с поверхностью образца. Меньшая, но тоже значительная анизотропия твердости была установлена при наноиндентировании α -зерен сплава Ti-6Al-4V [2]: 6,84 ГПа для плоскости, близкой к базисной, и 4,57 ГПа — минимальное значение твердости для зерна, плоскость базиса которого почти перпендикулярна поверхности индентирования. В экспериментах по наноиндентированию монокристаллов титана чистотой 99,999 [3] также выявлена анизотропия твердости, но в данном случае она небольшая. Минимальное значение показала плоскость базиса (1,6 ГПа), а максимальное, равное 1,87 ГПа, — плоскость пирамиды (10 $\bar{1}$ 1). Средняя твердость поликристаллического образца составляла 2,1 ГПа.

Целью данной работы было изучение анизотропии микротвердости монокристаллов чистого α -Ti в измерениях на трех кристаллографических плоскостях с малыми индексами: плоскость базиса и плоскости призмы первого и второго рода. Эти монокристаллы и образцы титана той же чистоты с крупным (CG) и наноразмерным (NC) зерном использованы для исследования зависимости величины микротвердости от размера отпечатка индентора (размерный эффект при индентировании), определены и проанализированы параметры модели размерного эффекта. Для выяснения механизма пластической деформации под действием сосредоточенной силы была измерена микротвердость монокристаллов при индентировании плоскостей базиса и призмы I рода и крупнозернистого образца чистого титана в интервале температур 77–300 К.

2. Методика эксперимента

2.1. Материал

В данной работе исследованы моно- и поликристаллические образцы α -титана, который был получен в результате переплавки йодидного титана (далее чис-

тый титан). Монокристаллические образцы чистого титана вырезали из крупнозернистого прутка диаметром 18 мм, полученного зонной электронно-лучевой плавкой заготовки йодидного титана. Материалом для поликристаллических CG и NC образцов чистого титана служил переплавленный в дуговой печи йодидный титан (детали см. в [4]). Нанокристаллический титан со средним размером зерна ~ 35 нм был получен методом многократной прокатки при температуре ~ 77 К [5]. Пластина криопрокатанного Ti отжигалась при температуре 650°C в течение 2 часов в вакууме $6,7 \cdot 10^{-3}$ Па. После этого рекристаллизационного отжига средний размер зерна составлял ~ 50 мкм. Из этой пластины был вырезан образец для микроиндентирования.

Размерный эффект при индентировании изучен также на монокристалле высокочистого йодидного титана. Для измерения микротвердости несколько монокристалльных образований были аккуратно механически отделены от прутка, полученного в процессе диссоциации йодида титана. Индентирование проводили на поверхности, кристаллографическая ориентация которой, судя по следам скольжения на ней, близка к плоскости (0001) [6].

Химический состав йодидного и чистого титана приведен в табл. 1.

Таблица 1. Содержание примесей в титане, вес. % [7]

Марка титана	Fe	C	O ₂	N ₂	H ₂
Йодидный титан	0,04	0,01	0,02	0,02	0,003
Чистый титан	0,04	0,02	0,04	0,03	0,005

2.2. Приготовление образцов

Индентируемая поверхность монокристалла йодидного титана перед измерениями механической или химической обработке не подвергалась. Это означает, что полученные значения твердости не искажены дополнительно привнесенными дефектами структуры и характеризуют сопротивление внедрению индентора базисной плоскости (0001) монокристалла наиболее чистого йодидного титана.

Образцы чистого титана с поверхностями для индентирования, близкими к кристаллографическим плоскостям, (0001) — базисная плоскость, (1 $\bar{1}$ 00) — призма I рода и (11 $\bar{2}$ 0) — призма II рода, были приготовлены из монокристалльных фрагментов крупнозернистого прутка. Для получения среза необходимой ориентации фрагмент устанавливали соответствующим образом в устройстве для электроискровой резки, пользуясь рентгенограммой обратной съемки по Лауэ.

Образцы чистого титана имели следующие размеры: монокристаллы — площадь $\sim 2,5 \times 10$ мм², толщина $\sim 1,5$ мм, CG и NC поликристаллы — площадь $\sim 6 \times 7$ мм²,

толщина ~ 2 мм. Поверхности образцов шлифовали на наждачной бумаге с разным размером абразивного зерна. Окончательную зеркально гладкую поверхность получали полировкой на мягкой замше и фетре с пастой ГОИ (основной компонент — двуокись хрома). Образец крупнозернистого титана был сошлифован на глубину $\sim 0,4$ мм, чтобы избежать влияния на величину микротвердости газовых примесей, которые могли проникнуть в поверхностный слой из-за недостаточного вакуума в камере отжига.

Шлифовка и полировка образца при подготовке его для исследования неизбежно изменяют дефектную структуру поверхностного слоя. При этом в образце формируется градиент механических свойств по глубине, что можно обнаружить, в частности, при измерении зависимости микротвердости от нагрузки на индентор. Этот эффект более существен для мягких металлов, но проявляется, хотя и в меньшей степени, в случае жестких материалов, так что при малых нагрузках он имеет место и в измерениях на титане [7].

2.3. Индентирование

Измерение микротвердости при комнатной температуре проводили на приборе ПМТ-3, а в интервале температур 77–300 К — на приборе со свободно подвешенным индентором, описанном в [8]. Нагрузку на индентор меняли в пределах 0,05–2,2 Н, время выдержки под нагрузкой составляло 10 с. Микротвердость по Виккерсу вычисляли по формуле $H_V = 1,854 P/d^2$, где P — величина нагрузки на индентор, d — длина диагонали отпечатка.

На приведенных ниже рисунках показаны значения микротвердости, усредненные не менее чем по 10 отпечаткам индентора. Исключение представляют данные на графике для монокристалла йодидного титана, где отдельная точка отвечает одному измерению, что связано с небольшой площадью поверхности индентирования.

3. Результаты и обсуждение

3.1. Зависимость микротвердости от нагрузки на индентор — размерный эффект при индентировании

Изучение влияния нагрузки на индентор на величину микротвердости $H_V(P)$ — первый этап в исследовании механических свойств материала методом микроиндентирования. Можно отметить, по крайней мере, три важных результата, которые следуют из этих измерений. Во-первых, такой эксперимент позволяет выявить область нагрузок, в которой микротвердость остается практически постоянной, — это так называемая истинная твердость, значение, которое можно использовать для сравнения со свойствами других материалов или при изучении влияния различных факторов на свойства данного материала. Во-вторых, зависимость микротвердости от нагрузки (глубины внедрения индентора) может дать информацию о градиенте механических свойств по

глубине исследуемого материала, поскольку дефектное, фазовое или примесное состояние поверхностного слоя и объема образца не обязательно идентичны. В-третьих, согласно [9], размерный эффект является следствием создаваемого в процессе индентирования, иными словами наведенного градиента пластической деформации в области отпечатка индентора, который может быть смоделирован с помощью геометрически необходимых дислокаций (ГНД). Анализ зависимости $H_V(P)$ (точнее, зависимости микротвердости от глубины внедрения индентора $H_V(h)$) позволяет установить соответствие экспериментальных данных модели градиентной пластичности [9–12] и определить параметры модели для исследуемого материала.

Зависимости микротвердости от нагрузки на индентор для изучаемых монокристаллов и поликристаллов титана показаны на рис. 1. Увеличение твердости при уменьшении нагрузки на индентор во всех случаях свидетельствует о единой природе этого эффекта, независимо от микроструктурного состояния не только объема, но и поверхностного слоя образцов. Последнее подтверждается наличием зависимости $H_V(P)$ для монокристалла йодидного титана, индентируемая поверхность которого перед измерениями механически не обрабатывалась.

Как видно на рис. 1, зависимости $H_V(P)$ при $P = 1,5$ –2,2 Н существенно ослабевают, асимптотически приближаясь к постоянным величинам, так что значения микротвердости, полученные при нагрузке

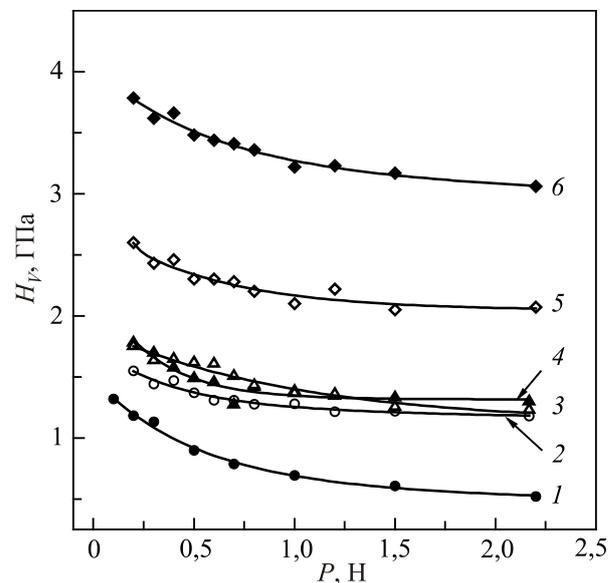


Рис. 1. Зависимости микротвердости от величины нагрузки на индентор, полученные при индентировании плоскости базиса (0001) монокристаллов йодидного титана [6] (1) и чистого титана (2), плоскости призмы II рода (11 $\bar{2}$ 0) (3), плоскости призмы I рода (1 $\bar{1}$ 00) (4), поликристаллов [7] CG Ti-2 (5) и NC Ti-1 (6) чистого титана при $T = 300$ К. Кривые проведены для удобства зрительного восприятия.

на индентор $P = 2,2$ Н, можно рассматривать в качестве количественных характеристик сопротивления локальной пластической деформации соответствующих образцов. Ниже увидим, что для этой роли больше подходит величина H_{V0} , определяемая из зависимости квадрата микротвердости от обратной глубины внедрения индентора $H_V^2(1/h)$.

Значения $H_V(P = 2,2$ Н) приведены в табл. 2. Высокочистый йодидный титан показал наименьшую твердость во всем диапазоне нагрузок на индентор, а при $P = 2,2$ Н $H_V = 0,52$ ГПа. Это в два раза меньше твердости базисной плоскости монокристалла чистого титана (1,17 ГПа, табл. 2) и в три раза меньше, чем твердость плоскости (0001) монокристалла α -Ti чистотой 99,999—1,6 ГПа [3].

Анизотропия микротвердости монокристаллов чистого титана проявилась в измерениях на трех кристаллографических плоскостях: индентирование плоскости базиса дало значение 1,17 ГПа, а параллельно ей — 1,28 ГПа (призма I рода) и 1,22 ГПа (призма II рода). В работе [3] методом наноиндентирования было установлено, что в чистом α -титане твердость базисной плоскости меньше твердости плоскости пирамиды (10 $\bar{1}1$) примерно на 14%.

Механические свойства титана очень чувствительны к примесям внедрения. Малые количества азота и кислорода упрочняют титан и существенно изменяют активность двойникования и систем скольжения. Эксперименты по наноиндентированию отдельных зерен крупнозернистых поликристаллов α -титана технической чистоты и α -зерен сплавов Ti–Al показали, что анизотропия твердости этих материалов отличается от анизотропии твердости монокристаллов чистого титана. В титане технической чистоты минимальную твердость имели зерна, плоскость призмы первого рода (1 $\bar{1}00$) которых была параллельна индентируемой поверхности образца, а максимальную — зерна с осью с [0001], пер-

пендикулярной поверхности [1,2,13–15]. Особенно ярко выражена анизотропия в α -зернах сплава Ti–6Al–4V: твердость поверхности, близкой к плоскости базиса, равна 6,84 ГПа, а минимальную твердость 4,57 ГПа показали зерна с поверхностью, ориентированной ближе к плоскости призмы второго рода (11 $\bar{2}0$) [2]. Эти данные получены в опытах по наноиндентированию (индентор Берковича) при глубине внедрения, равной 300 нм. Аналогичную анизотропию показали измерения с использованием сферического индентора, но с меньшими значениями твердости: 2,4 ГПа для плоскости базиса и 1,9 ГПа для призмы первого и второго рода при глубине внедрения, равной 450 нм [15].

Таким образом, изучение ориентационной зависимости твердости кристаллов α -Ti показало, что в чистом титане самой мягкой является плоскость базиса (0001) ([3] и данная работа), а в техническом титане [1,13] и в сплавах Ti–6Al–4V [2,15] и Ti–7Al [14] она является самой твердой. Это различие пока трудно объяснить, поскольку при индентировании плоскости базиса сдвиговые напряжения в системах скольжения определяются соответствующими коэффициентами Шмида, которые не зависят от чистоты материала. Результаты вычислений коэффициентов Шмида для плоскостей скольжения и двойникования при индентировании плоскостей (0001), (01 $\bar{1}0$) и (11 $\bar{2}0$) имеются в работах [2,14]. При индентировании поверхности зерна, близкой к плоскости базиса, максимальный коэффициент Шмида имела пирамидальная система скольжения $[\bar{1}2\bar{1}3](\bar{1}2\bar{1}2)$ — 0,312 и несколько меньше базисная $[2\bar{1}\bar{1}0](0001)$ — 0,204. Для призматической системы скольжения $[\bar{2}110](01\bar{1}0)$ коэффициент Шмида почти на порядок меньше — 0,0372 [14]. Это означает, что призматическое скольжение практически не принимало участия в формировании отпечатка. В α -фазе сплавов Ti–Al в деформированной зоне под отпечатком индентора наблюдались преимущественно

Таблица 2. Параметры размерного эффекта при индентировании для монокристаллов и поликристаллов титана

Образец	$H_V(P = 2,2$ Н), ГПа	H_{V0} , ГПа	h^* , мкм	$\rho_S, \text{м}^{-2}$
Йодидный Ti, базис (0001)	0,52	0,33	20,5	$4 \cdot 10^{13}$
Чистый Ti				
Базис (0001)	1,17	1,03	2,94	$2,8 \cdot 10^{14}$
Призма I (1 $\bar{1}00$)	1,29	1,03	3,76	$2,2 \cdot 10^{14}$
Призма II (11 $\bar{2}0$)	1,22	1,13	2,85	$2,9 \cdot 10^{14}$
CG Ti-2 [7]	2,07	1,81	1,84	$4,5 \cdot 10^{14}$
NC Ti-1 [7]	3,06	2,7	1,55	$5,3 \cdot 10^{14}$
VT1-0 [24]				
Крупнозернистый	1,38	1,22	2,8	$2,9 \cdot 10^{14}$
$e = -0,6$	2,35	2,32	0,2	$4,2 \cdot 10^{15}$
$e = -1,3$	2,70	2,70	0,09	$9 \cdot 10^{15}$

Примечание: e — деформация сжатия при криопротатке ($T \approx 77$ К)

дислокации с вектором Бюргерса $\mathbf{b} = \langle \mathbf{c} + \mathbf{a} \rangle$ и в меньшей степени дислокации с вектором Бюргерса $\mathbf{b} = \langle \mathbf{a} \rangle$ [2,14]. Этим можно объяснить высокую твердость базисной плоскости. Дислокационная картина в области отпечатка индентора в чистом α -титане не исследована. Можно предположить, что отмеченное различие обусловлено степенью активности систем скольжения, зависящей от чистоты [16], и их относительным вкладом в локальное упрочнение. Большую определенность в данном вопросе могло бы дать изучение ориентационной зависимости твердости в монокристаллах технического титана и сплавов Ti–Al (чтобы сравнивать с результатами индентирования монокристаллов чистого титана) и при индентировании отдельных зерен крупнозернистого чистого титана (чтобы сравнивать с данными, полученными на поликристаллах примесного титана). Тем самым было бы установлено влияние чистоты на активность систем пластического сдвига в монокристаллах и границ зерен (которое не исключено) в случае измерений твердости зерен в поликристаллах.

Для описания зависимости твердости кристаллических материалов от глубины внедрения индентора в [12] использована и развита предложенная ранее простая модель ГНД [17,18]. В рамках этой модели связь между микротвердостью и глубиной внедрения индентора описывается следующим выражением [12]:

$$\frac{H_V}{H_{V0}} = \sqrt{1 + \frac{h^*}{h}}, \quad (1)$$

где H_{V0} — твердость в отсутствие геометрически необходимых дислокаций, т.е. при $h \gg h^*$, когда градиент деформации под отпечатком индентора не влияет на величину твердости (в литературе для этой величины используются названия макроскопическая [19], истинная или классическая твердость [20]), h^* — характерная длина, которая зависит от формы индентора, модуля сдвига, плотности статистически накопленных дислокаций (СНД) ρ_S и характеризует зависимость твердости от глубины внедрения индентора. Выражения для H_{V0} и h^* имеют вид

$$H_{V0} = CM\alpha\mu b\sqrt{\rho_S}, \quad (2)$$

$$h^* = \frac{81}{2}b\alpha^2 \text{tg}^2\theta \left(\frac{\mu}{H_{V0}} \right)^2, \quad (3)$$

где $C = 3$ — коэффициент Тейбора в соотношении между твердостью и напряжением течения в экспериментах на растяжение при представительной деформации $H_V = 3\sigma_{\varepsilon_r}$ ($\varepsilon_r = 0,076$ для пирамиды Виккерса), M — коэффициент Тейлора, который связывает нормальное σ_{ε_r} и сдвиговое τ_{ε_r} напряжения в системе скольжения $\sigma_{\varepsilon_r} = M\tau_{\varepsilon_r}$ (в [12] в формулах (2) и (3) принято $M = \sqrt{3}$, для поликристаллического металла с ГЦК ре-

шеткой $M = 3,06$), α — постоянная порядка единицы, зависящая, в частности, от вида пространственной структуры массива СНД и ГНД и уровня силового взаимодействия между подвижными дислокациями и дислокациями этого массива [21–23] (в [12] принято $\alpha \approx 0,5$), μ — модуль сдвига, b — модуль вектора Бюргерса активных дислокаций (в α -Ti $b = 2,95 \cdot 10^{-10}$ м), θ — угол между поверхностью образца и поверхностью индентора (для пирамиды Виккерса $\theta = 22^\circ$). Из (3) видно, что $h^* \propto 1/\rho_S$. Истинная твердость H_{V0} зависит от общей плотности статистически накопленных дислокаций, т.е. присутствовавших в материале до индентирования (исходных дислокаций) и дислокаций, образованных в процессе индентирования. СНД в изученных образцах α -титана, очевидно, так же, как и в α -фазе сплава Ti–6Al–4V [2], представляют собою совокупность дислокаций с векторами Бюргерса $\mathbf{b} = \langle \mathbf{c} + \mathbf{a} \rangle$ и $\mathbf{b} = \langle \mathbf{a} \rangle$, а плотность ρ_S и соотношение дислокаций с разными векторами Бюргерса являются функцией ориентации индентируемой поверхности монокристалла (значений коэффициентов Шмида), в случае поликристалла зависят от особенностей его микроструктуры.

На рис. 2 показаны данные рис. 1, перестроенные в соответствии с формулой (1). Величины истинной твердости H_{V0} и характерной длины h^* для каждого образца были определены из графиков в координатах $H_V^2 - (1/h)$. Эти значения включены в табл. 2. Истинная твердость H_{V0} каждого образца меньше измеренной величины H_V ($P = 2,2$ Н), поскольку она получена экстраполяцией зависимости $H_V^2(1/h)$ на $h = \infty$. На рис. 2 видно хорошее согласие всего набора экспериментальных данных с формулой (1): зависимости $(H_V/H_{V0})^2 - (1/h)$ линейны

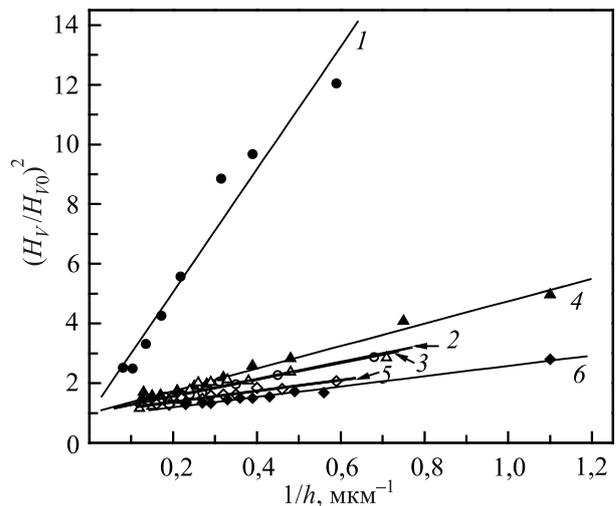


Рис. 2. Зависимости микротвердости монокристаллов и поликристаллов титана (данные рис. 1) от глубины внедрения индентора согласно формуле (1). 1 — йодидный Ti, (0001); чистый Ti: 2 — (0001), 3 — призма II ($11\bar{2}0$), 4 — призма I ($1\bar{1}00$), 5 — поликристалл CG Ti-2, 6 — поликристалл NC Ti-1. $T = 300$ К.

и ослабляются при увеличении прочности материала, что соответствует выражению (3): $h^* \propto (1/H_{V0})^2$.

Характерная длина h^* в образцах чистого титана, как видно в табл. 2, мало зависит от микроструктурного состояния, изменяясь в пределах от 1,55 до 3,76 мкм. В самом мягком монокристалле йодидного титана она существенно больше и равна 20,5 мкм. Данные работы [24] также показывают, что размерный эффект ярче выражен в отожженном крупнозернистом титане ВТ1-0 ($h^* = 2,8$ мкм) по сравнению с прочными ультрамелкозернистым и нанокристаллическим образцами, в которых $h^* \approx 0,1-0,2$ мкм. Отметим, что это значение на порядок меньше, чем в чистом нанокристаллическом титане (см. табл. 2). Примеси внедрения в титане технической чистоты повлияли не только на размерный эффект при индентировании, но и на степень упрочнения в результате измельчения зерна при криопротатке. Это видно при сопоставлении величины микротвердости $H_V(P = 2,2 \text{ Н})$ образцов в нанокристаллическом состоянии (табл. 2): 2,7 ГПа — технический титан и 3,06 ГПа — чистый титан. Однако эти образцы показали одинаковые значения истинной микротвердости — 2,7 ГПа. Данный вопрос, а именно более сильное зернограничное упрочнение чистого титана по сравнению с титаном ВТ1-0, требует дальнейшего исследования.

Выражения (2) и (3) позволяют оценить плотность статистически накопленных дислокаций в индентруемом материале, используя значение параметра h^* :

$$\rho_S = \frac{3}{2} \text{tg}^2 \theta \frac{1}{bh^*}. \quad (4)$$

Вычисленные значения ρ_S для монокристаллов и поликристаллов титана приведены в табл. 2. Видно, что они находятся в разумных пределах для деформированных материалов: минимальная плотность СНД $\rho_S = 4 \cdot 10^{13} \text{ м}^{-2}$ в самом мягком йодидном кристалле, а самая большая в чистом НС титане $\rho_S = 5,3 \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$. Оценки плотности СНД в ультрамелкозернистом и нанокристаллическом титане ВТ1-0 дали значения ρ_S примерно на один порядок больше, что близко к предельно возможной величине $\sim 10^{16} \text{ м}^{-2}$.

В соотношении (4) видно, что параметр h^* не является константой материала, а однозначно связан с плотностью статистически накопленных дислокаций: он тем меньше, чем больше плотность СНД.

Плотность ГНД под отпечатком индентора пропорциональна градиенту деформации (γ/d) (γ — средняя деформация сдвига, d — локальная длина поля деформации, которая в случае вдавливания индентора по порядку величины равна диаметру отпечатка) [9]. Под отпечатком индентора ее можно оценить по формуле [12]

$$\rho_G = \frac{3}{2} \text{tg}^2 \theta \frac{1}{bh}, \quad (5)$$

Согласно модели [12], СНД и ГНД в совокупности (суммарная плотность дислокаций $\rho_t = \rho_S + \rho_G$) определяют деформационное упрочнение материала под отпечатком индентора и оно, деформационное упрочнение, тем больше, чем меньше глубина отпечатка, как это видно из выражения (5)*. За размерный эффект при индентировании ответственна эволюция массива геометрически необходимых дислокаций при внедрении индентора в материал.

Экспериментальные данные частично согласуются с выражением (3), согласно которому между величинами h^* и $(\mu/H_{V0})^2$ в модели ГНД [12] для данного конкретного материала предсказывается линейная связь. На рис. 3 видно, что такая связь действительно реализуется как для чистого титана в довольно широких пределах изменения h^* , так и для титана ВТ1-0 (вставка на рис. 3): $h^* (\text{мкм}) = 1,28 + 1,69 \cdot 10^{-3} (\mu/H_{V0})^2$ — чистый титан, включая монокристалл йодидного титана, $h^* (\text{мкм}) = -0,69 + 4,18 \cdot 10^{-3} (\mu/H_{V0})^2$ — титан ВТ1-0. Отсюда получаются значения α , равные 0,53 и 0,83 соответственно, что находится в пределах допустимой для этого коэффициента величины, а разница в величине может быть связана с особенностями пространственной дислокационной архитектуры под индентором в чистом и в техническом титане. Наличие свободного члена в теоретическом соотношении (3) не предусмотрено, а его появление в экспериментальных зависимостях пока не ясно.

Отметим, что упрочнение материала под индентором связано, очевидно, не только с формированием массива СНД, но и с возможным двойникованием. Так, в работе [14] в окрестности отпечатков наблюдались двойники растяжения в сплаве Ti-7Al при индентировании сферическим индентором зерен, плоскость призмы I рода которых была параллельна поверхности образца. Более высокое значение $H_V(P = 2,2 \text{ ГПа})$ для плоскости (1 100) в наших измерениях по сравнению с другими плоскостями (табл. 2) может быть обусловлено наличием двойниковых границ, которые являются сильными препятствиями для скользящих дислокаций.

3.2. Температурная зависимость микротвердости

В работе [4] изучены закономерности пластической деформации поликристаллов чистого α -титана в экспериментах на растяжение в широкой области температур (0,5–450 К). Анализ полученных данных позволил авторам прийти к заключению, что основным физическим фактором, определяющим кинетику пластического течения этого материала, является термически активи-

* Выражение (5) не соответствует измерениям, когда глубина отпечатка становится меньше 1 мкм [25,26]. По этой причине данные о микротвердости при нагрузке на индентор 0,05–0,1 Н на графиках рис. 1–3 не приведены.

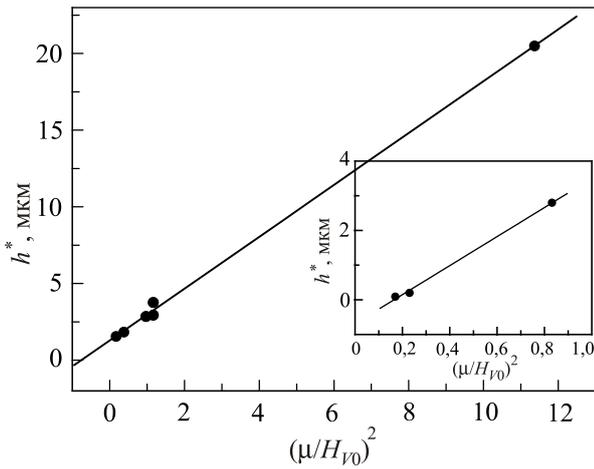


Рис. 3. Соотношение между характерной длиной h^* и безразмерным параметром $(\mu/H_{V0})^2$ согласно выражению (3) для чистого титана, включая йодидный Ti; на вставке — данные для титана VT1-0. h^* и H_{V0} из табл. 2, $\mu = C_{66} = 35,2$ ГПа [29].

вированное преодоление дислокациями барьеров Пайерлса. Рассмотрим результаты исследования зависимости микротвердости кристаллов чистого титана от температуры в интервале 77–298 К в рамках тех же представлений о термоактивированном движении дислокаций в рельефе Пайерлса по механизму зарождения, расширения и аннигиляции парных перегибов [27], которые использованы в работе [4]. В этом случае для энергии активации движения дислокаций при умеренно высоком эффективном сдвиговом напряжении τ^* получено выражение

$$U(\tau^*) = 0,5U_c \left(1 - \frac{\tau^*}{\tau_P} \right)^{5/4}, \quad (6)$$

где $0,5U_c$ имеет величину порядка энергии единичного дислокационного перегиба, τ_P — напряжение Пайерлса. Зависимость активационного объема процесса пластической деформации от температуры имеет вид

$$V(T) = \left(\frac{dU}{d\tau^*} \right)_T = \frac{5}{4} \frac{0,5U_c}{\tau_P} \left(\frac{T}{T_0} \right)^{1/5}. \quad (7)$$

Здесь $T_0 = 0,5U_c/kA$, k — постоянная Больцмана, $A = \ln(\dot{\epsilon}_0/\dot{\epsilon})$, $\dot{\epsilon}_0$ и $\dot{\epsilon}$ — предэкспоненциальный множитель в уравнении Аррениуса и скорость деформации соответственно.

На рис. 4 показаны зависимости истинной твердости от температуры $H_I(T)$, т.е. полученные при нагрузке на индентор $P = 2,2$ Н, для трех образцов: крупнозернистого поликристалла CG Ti-2 [7] (рис. 4(а)) и двух монокристаллов, ориентированных для индентирования плоскостей с малыми индексами: плоскости базиса (0001) и плоскости призмы I рода (1100)

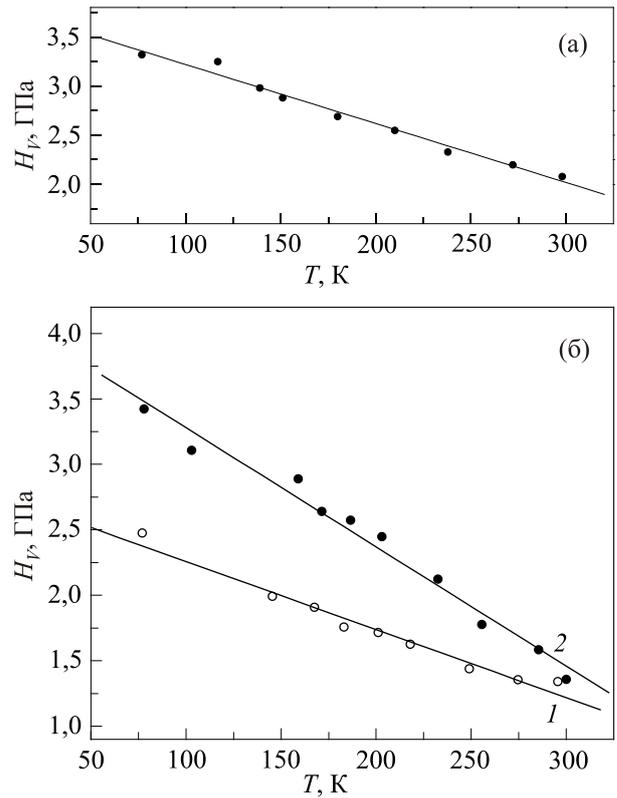


Рис. 4. Температурные зависимости истинной микротвердости $H_I(P = 2,2$ ГПа) крупнозернистого образца CG Ti-2 (а) и монокристаллов чистого титана, ориентированных для индентирования плоскостей базиса (1) и призмы первого рода (2) (б).

(рис. 4(б)). Линии, проведенные на рис. 4(б) через экспериментальные точки, отвечают простой линейной аппроксимации и не имеют физического смысла. При уменьшении температуры от комнатной до температуры жидкого азота рост микротвердости составил $\approx 84\%$ для плоскости базиса, сильная зависимость $H_I(T)$ получена также при индентировании призмы I рода и поликристалла CG Ti-2 — увеличение микротвердости в 1,8 раза и на 60% соответственно. Это согласуется с представлениями о термоактивированном характере пластической деформации материала под индентором.

Температурная зависимость предела текучести $\tau_0(T)$ в области низких температур при условии торможения дислокаций барьерами Пайерлса согласно теории [27] имеет вид [4]

$$\tau_0(T) = \tau_i + \tau_P \left[1 - \left(\frac{T}{T_0} \right)^{4/5} \right], \quad (8)$$

где τ_i — дальнедействующая компонента предела текучести, зависящая от температуры в меру модуля сдвига. Перепишем соотношение (8) для температурной зависимости микротвердости, учитывая аргументы, изложенные в [24,28] относительно связи между

микротвердостью и напряжением течения при пред- ставительной деформации:

$$H_V^*(T) = H_{Vc} \left[1 - \left(\frac{T}{T_0} \right)^{4/5} \right], \quad (9)$$

где $H_V^* = H_V - H_{Vi}$, H_{Vi} — компонента микротвердо- сти, температурную зависимость которой определяет поведение модуля сдвига $\mu(T)$, H_{Vc} — эффективная компонента микротвердости при $T = 0$ К.

Аппроксимация экспериментальных данных фор- мулой (9) может быть осуществлена, если известна температурная зависимость компоненты микротвердо- сти H_{Vi} , которая в эксперименте не определяется и относительно которой можно сделать лишь некоторые предположения. Очевидно, по величине при комнат- ной температуре она не может быть больше значения H_{V0} (табл. 2). Для упрощения анализа примем, что $H_{Vi}(298 \text{ К}) = H_{V0}$, а температурная зависимость ком- поненты $H_{Vi}(T)$ определяется температурной зависи- мостью модуля сдвига в системе $\{10\bar{1}0\}\langle 11\bar{2}0\rangle$, яв- ляющейся основной системой скольжения в α -титане. Температурные зависимости упругих модулей в титане получены в работе [29], откуда возьмем данные для модуля сдвига $\mu(T) = C_{66}(T)$ в системе $\{10\bar{1}0\}\langle 11\bar{2}0\rangle$.

На рис. 5(а) показаны зависимости от температуры величин H_V , H_V^* , H_{Vi} в интервале 77–298 К для круп- нозернистого поликристалла CG Ti-2, где значения компоненты $H_{Vi}(T)$ вычислены по формуле

$$H_{Vi}(T) = H_{V0}(298 \text{ К}) C_{66}(T)/C_{66}(298 \text{ К}). \quad (10)$$

Эта же формула использована для определения зна- чений $H_{Vi}(T)$ в монокристаллах, а соответствующие зависимости $H_V^*(T)$ представлены на рис. 5(б).

Кривые на рис. 5 отвечают аппроксимации экспери- ментальных зависимостей $H_V^*(T)$ уравнением (9). Па- раметры аппроксимации приведены в табл. 3. Оценка параметров U_c выполнена с использованием значений T_0 при условии, что $A = 18$, согласно [4]. Среднее по трем образцам значение $0,5 U_c \approx 0,83 \cdot 10^{-19}$ Дж $\approx 0,52$ эВ, что близко к оценке этой величины, полученной в [4] $0,75 \cdot 10^{-19}$ Дж $\approx 0,48$ эВ при исследовании низкотемпе- ратурной пластичности чистого α -титана в режиме растя-

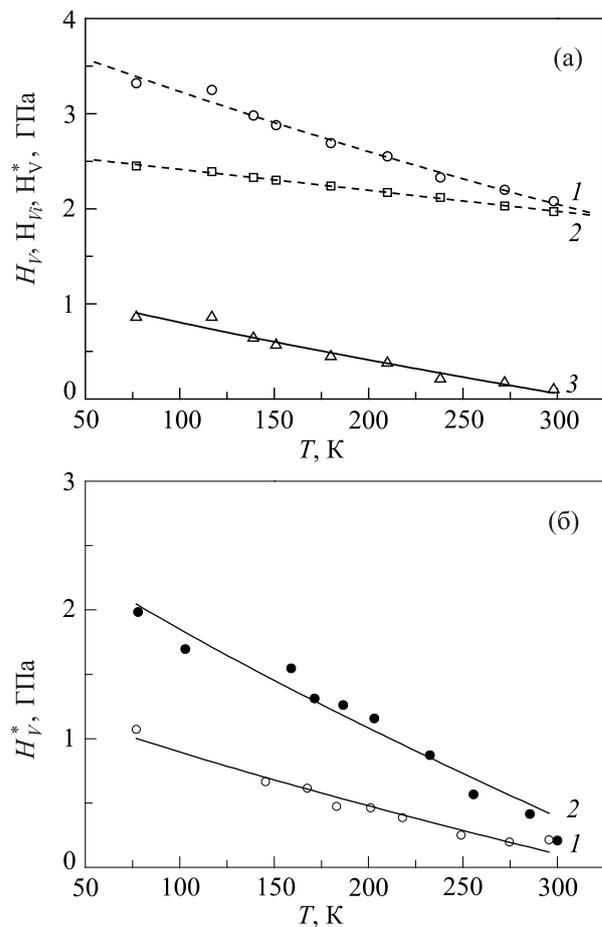


Рис. 5. Температурные зависимости истинной микротвердо- сти H_V (2,2 ГПа) (1), составляющих H_{Vi} (2) и H_V^* (3) поли- кристалла CG Ti-2 (а) и составляющей H_V^* монокристаллов, ориентированных для индентирования плоскостей базиса (1) и призмы первого рода (2) (б). Кривые проведены согласно соотношению (9), параметры кривых включены в табл. 3.

жения и сравнимо с энергией одиночного перегиба $U_k \approx 0,56 \cdot 10^{-19}$ Дж, согласно работе [30].

Данные табл. 3 позволяют оценить величину акти- вационного объема процесса пластической деформа- ции материала под действием сосредоточенной силы при индентировании. Для этого в формуле (7) напря- жение τ_p заменим величиной $H_{Vc} = CM \tau_p$ согласно соотношению Тейбора между микротвердостью и на- пряжением течения $\sigma_{e_r} = M \tau_{e_r}$ (см. формулу (2)):

Таблица 3. Параметры аппроксимации уравнением (9) данных по зависимости микротвердости от температуры монокри- сталлов α -Ti при индентировании плоскости базиса (0001), плоскости призмы I рода ($1\bar{1}00$) и поликристалла CG Ti-2

Образец	H_{Vc} , ГПа	T_0 , К	U_c , Дж (эВ)	$V(298 \text{ К}), b^3$
Базис (0001)	1,46	329	$1,63 \cdot 10^{-19}$ (1,02)	82 (25)
Призма I ($1\bar{1}00$)	2,9	360	$1,78 \cdot 10^{-19}$ (1,1)	42 (13)
CG Ti-2	1,33	317	$1,57 \cdot 10^{-19}$ (0,98)	125 (25)

П р и м е ч а н и е: Значения активационного объема, указанные в скобках, вычислены при условии $C = 3, M = 3,06$.

$$V(T) = \frac{5}{4} CM \frac{0,5U_c}{H_{Vc}} \left(\frac{T}{T_0} \right)^{1/5}. \quad (11)$$

В табл. 3 внесены (в скобках) оценки активационного объема при комнатной температуре для трех образцов при условии, что коэффициенты Тейбора $C = 3$ и Тейлора $M = 3,06$. Здесь необходимо сделать следующее замечание. Во-первых, указанная величина коэффициента Тейлора относится к определению среднего значения сдвигового напряжения в системе скольжения беспорядочно ориентированного поликристаллического образца, исходя из величины нормального напряжения течения (или напряжения, отвечающего пределу текучести). В случае монокристалла соотношение между нормальным и сдвиговым напряжениями определяется соответствующим коэффициентом Шмида, обратная величина которого равна коэффициенту M . При оптимальном значении $M = 2$ имеем максимальное сдвиговое напряжение в действующей системе скольжения. Во-вторых, коэффициент Тейбора $C \approx 3$ характеризует соотношение между твердостью и нормальным напряжением течения при представительной деформации или пределом текучести упруго пластического изотропного материала, например такого, как беспорядочно ориентированный мелкозернистый поликристалл. В реальной ситуации, в случае монокристаллов и крупнозернистых поликристаллов, коэффициент C существенно больше 3. Так, согласно данным работы [31], где приведена кривая деформации для поликристалла α -титана, аналогичного по чистоте и микроструктуре образцу CG Ti-2, напряжение течения при комнатной температуре и деформации 7,6% $\sigma_{7,6} \approx 120$ МПа. Если в качестве величины твердости принять значение $H_{V0} = 1,81$ ГПа (см. табл. 2), то отношение $H_{V0}/\sigma_{7,6} = 1,81/0,12 \approx 15$.

Для приближенных оценок величины активационного объема по формуле (11) в образце CG Ti-2 прием $M = 3,06$, в монокристаллах $M = 2$, а $C = 15$ в обоих случаях (деформационные кривые для монокристаллов отсутствуют). Вычисленные значения активационных объемов приведены в табл. 3. Активационный объем для образца CG Ti-2 по порядку величины близок к полученному на основе скоростной чувствительности деформирующего напряжения или по данным релаксации напряжений для подобного материала в работе [4]; аналогичные макроскопические исследования для монокристаллов, как отмечено выше, отсутствуют.

Таким образом, эксперименты по микроиндентированию показали, что анизотропия микротвердости монокристаллов чистого α -титана заметно меньше, чем установленная при наноиндентировании отдельных зерен крупнокристаллических образцов титана коммерческой чистоты и зерен α -фазы сплава Ni-6Al-4V. Минимальное значение твердости в чистом титане обнаружено при

индентировании плоскости базиса, что согласуется с данными работы [3], в то время как в титане меньшей чистоты или упомянутом сплаве эта плоскость самая твердая [1,2,13,15].

Размерный эффект при индентировании в изученных образцах титана соответствует модели геометрически необходимых дислокаций. Наиболее ярко он проявился в самом мягком монокристалле йодидного титана и наименее выражен в самом прочном образце нанокристаллического титана ВТ1-0.

Анализ температурной зависимости микротвердости монокристаллов и крупнозернистого поликристалла в интервале температур 77–300 К показал, что ее можно непротиворечиво описать на основе модели термоактивированного движения дислокаций в рельефе Пайерлса. Это согласуется с выводами макроскопических исследований кинетики пластической деформации чистого α -титана при низких температурах [4,32].

Авторы искренне благодарны Н.В. Исаеву за полезное обсуждение и замечания по тексту рукописи.

1. E. Merson, R. Brydson, and A. Brown, *J. Phys.: Conf. Ser.* **126**, 012020 (2008).
2. G.B. Visvanathan, E.W. Lee, D.M. Maher, S. Banerjee, and H.I. Fraser, *Acta Mater.* **53**, 5101 (2005).
3. F.K. Mante, G.R. Baran, and B. Lucas, *Biomaterials* **20**, 1051 (1999).
4. В.А. Москаленко, В.Д. Нацик, В.Н. Ковалева, *ФНТ* **32**, 1190 (2005) [*Low Temp. Phys.* **32**, 905 (2005)].
5. В.А. Москаленко, А.Р. Смирнов, А.В. Москаленко, *ФНТ* **35**, 1160 (2009) [*Low Temp. Phys.* **35**, 907 (2009)].
6. А.В. Русакова, С.В. Лубенец, Л.С. Фоменко, В.А. Москаленко, *ФНТ* **38**, 1240 (2012) [*Low Temp. Phys.* **38**, 960 (2012)].
7. Л.С. Фоменко, А.В. Русакова, С.В. Лубенец, В.А. Москаленко, *ФНТ* **36**, 809 (2010) [*Low Temp. Phys.* **36**, 645 (2010)].
8. Б.Я. Фарбер, Н.С. Сидоров, В.И. Кулаков, Ю.А. Иунин, А.Н. Изотов, Г.А. Емельченко, В.С. Бобров, Л.С. Фоменко, В.Д. Нацик, С.В. Лубенец, *Сверхпроводимость* **4**, 2393 (1991).
9. M.F. Ashby, *Philos. Mag.* **21**, 399 (1970).
10. N.A. Fleck, G.M. Müller, M.F. Ashby, and J.W. Hutchinson, *Acta Met. Mater.* **42**, 475 (1994).
11. Q. Ma and D.R. Clarke, *J. Mater. Res.* **10**, 853 (1995).
12. W. Nix and H. Gao, *J. Mech. Phys. Solids* **46**, 411 (1998).
13. C. Zambaldi, Y. Yang, T.R. Bieler, and D. Raabe, *J. Mater. Res.* **27**, 356 (2012).
14. J. Kwon, M.C. Brandes, P. Sudharshan Phani, A.P. Pilchak, Y.F. Gao, E.P. George, G.M. Pharr, and M.J. Mills, *Acta Mater.* **61**, 4743 (2013).
15. J.S. Weaver, M.W. Priddy, D.L. McDowell, and S.R. Kalidindi, *Acta Mater.* **117**, 23 (2016).
16. A.T. Churchman, *Proc. Roy. Soc. London, Series A* **226**, 216 (1954).

17. N.A. Stelmashenko, M.G. Walls, L.M. Brown, and Yu.V. Milman, *Acta Met. Mater.* **41**, 2855 (1993).
18. M.S. De Guzman, G. Neubauer, P. Flinn, and W.D. Nix, *Mater. Res. Symp. Proc.* **308**, 613 (1993).
19. J.Y. Kim, S.K. Kang, J.R. Greer, and D. Kwon, *Acta Mater.* **56**, 3338 (2008).
20. K. Durst, B. Backes, O. Franke, and M. Göken, *Acta Mater.* **54**, 2547 (2006).
21. H. Mecking and U.F. Kocks, *Acta Metall.* **29**, 1865 (1981).
22. E.P. Busso, F.T. Messonnier, and N.P. O'Dowd, *J. Mech. Phys. Solids* **48**, 2333 (2000).
23. R.K. Abu Al-Rub, *Mech. Mater.* **39**, 787 (2007).
24. A.B. Русакова, С.В. Лубенец, Л.С. Фоменко, В.А. Москаленко, А.Р. Смирнов, *ФНТ* **41**, 835 (2015) [*Low Temp. Phys.* **41**, 649 (2015)].
25. Y. Huang, E. Zhang, K.C. Hwang, W.D. Nix, G.M. Pharr, and G. Feng, *J. Mech. Phys. Solids* **54**, 1668 (2006).
26. E. Demir, D. Raabe, N. Zaafarani, and S. Zaeferrer, *Acta Mater.* **57**, 559 (2009).
27. Б.В. Петухов, В.Л. Покровский, *ЖЭТФ* **63**, 634 (1972).
28. A.B. Русакова, С.В. Лубенец, Л.С. Фоменко, П.А. Забродин, *ФНТ* **40**, 330 (2014) [*Low Temp. Phys.* **40**, 255 (2014)].
29. E.S. Fisher and C.J. Renken, *Phys. Rev.* **135**, A482 (1964).
30. E.D. Levine, *Trans. Metall. Soc. AIME* **236**, 1558 (1966).
31. V.A. Moskalenko, V.I. Startsev, and V.N. Kovaleva, *Cryogenics* **20**, 507 (1980).
32. M.P. Biget and G. Saada, *Philos. Mag.* **59**, 747 (1989).

Micromechanical properties of single crystals and polycrystals of pure α -titanium: anisotropy of microhardness, size effect, effect of the temperature (77–300 K)

S.V. Lubenets, A.V. Rusakova, L.S. Fomenko, and V.A. Moskalenko

Anisotropy of microhardness of pure α -Ti single crystals, indentation size effect in single crystals, course grained (CG) pure and nanocrystalline (NC) VT1-0 tita-

nium, and the temperature dependences of microhardness of single crystals and CG Ti in the temperature range 77–300 K have been studied. Minimum value of hardness was revealed when indenting into the basal plane (0001). The indentation size effect (ISE) appeared clear at the indentation of the soft high purity iodide titanium while it is the least pronounced in the nanocrystalline VT1-0 titanium sample. It has been demonstrated that the ISE can be described in the geometrically necessary dislocations model (GND) following from the theory for strain gradient plasticity. The true value of hardness of all materials and others parameters of the GND model have been determined. The temperature dependence of microhardness well agrees with the notion on the controlling role of Peierls relief in the thermally activated dislocation plastic deformation of pure titanium as it has been demonstrated and well-grounded before at the macroscopic tensile investigations at the low temperature range. The activation energy and activation volume of dislocation motion in the strained region beneath indenter have been estimated.

PACS: 62.25.+g Mechanical properties of nanoscale materials;
62.20.Qp Friction, tribology, and hardness;
68.35.Gy Mechanical properties, surface strains.

Keywords: pure α -titanium, single crystals, cryorolling, anisotropy of microhardness, indentation size effect, geometrically necessary dislocations, temperature dependence of microhardness, low temperatures.