

PACS: 81.40.Ef, 81.40.Gh

А.С. Булатов, А.Н. Великодный, В.Ф. Долженко, В.С. Клочко,  
А.В. Корниец, М.А. Тихоновский

### ОСОБЕННОСТИ АКУСТИЧЕСКИХ СВОЙСТВ УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОГО ЦИРКОНИЯ ПРИ НИЗКИХ ТЕМПЕРАТУРАХ

Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт» НАН Украины  
ул. Академическая, 1, г. Харьков, 61108, Украина

Статья поступила в редакцию 27 сентября 2012 года

*В интервале температур 78–300 К изучена температурная зависимость скорости  $V_1$  и коэффициента поглощения  $\alpha_1$  продольного ультразвука частотой 50 МГц в поликристаллическом крупнозернистом и ультрамелкозернистом (УМЗ) цирконии. УМЗ-состояние со средним размером структурных элементов (зерен, субзерен) ~ 270 нм достигалось при помощи интенсивной пластической деформации (ИПД). Показано, что в УМЗ-цирконии  $V_1$  на ~ 7% выше, чем в изотропном крупнозернистом вследствие образования текстуры деформации. На температурной зависимости  $\alpha_1$  выявлен невоспроизводимый пик внутреннего трения с температурой локализации ~ 170 К. Оценка активационных параметров указывает на то, что он обусловлен термоактивированным процессом возврата структуры после наклепа.*

**Ключевые слова:** интенсивная пластическая деформация, скорость и поглощение ультразвука, неравновесная зернограничная фаза

*В інтервалі температур 78–300 К вивчено температурну залежність швидкості  $V_1$  і коефіцієнта поглинання  $\alpha_1$  поздовжнього ультразвуку частотою 50 МГц в полікристалічному грубозернистому й ультрадрібнозернистому (УДЗ) цирконії. УДЗ-стан із середнім розміром структурних елементів (зерен, субзерен) ~ 270 нм досягався за допомогою інтенсивної пластичної деформації (ПД). Показано, що в УДЗ-цирконії  $V_1$  на ~ 7% більше, ніж в ізотропному грубозернистому внаслідок впливу текстури, сформованої після деформації. На температурній залежності  $\alpha_1$  виявлено невідтворюваний пік внутрішнього тертя з температурою локалізації ~ 170 К. Оцінка активаційних параметрів вказує на те, що він обумовлений термоактивованим процесом повернення структури після наклепування.*

**Ключові слова:** інтенсивна пластична деформація, швидкість і поглинання ультразвуку, нерівноважна зерногранична фаза

### Введение

Материалы, полученные методом ИПД [1,2], привлекают большое внимание исследователей благодаря сочетанию уникальных физико-механических свойств [3–5]. Вследствие эффекта зернограничного упрочнения ( $\sigma \sim d^{-1/2}$ ,  $\sigma$  – напряжение,  $d$  – размер зерна) они обладают высокой прочностью при низких температурах и в то же время хорошими технологическими свойствами при повышенных температурах в результате зернограничного разупрочнения. Особые свойства таких материалов связаны не только с малым размером зерен (субзерен), но и с особенностями их дефектной структуры. В отличие от крупнозернистых поликристаллов УМЗ-материалы обладают большей протяженностью и, вследствие высокой плотности зернограничных дислокаций, неравновесностью границ зерен, в то время как в теле зерна плотность их незначительна.

Как известно [6], неравновесность границ зерен характеризуется их повышенным относительно обычных равновесных границ свободным объемом вследствие попадания в границу различных дефектов: примесных атомов, вакансий и их комплексов, дислокаций и т.п. Аккумулирующиеся на границе и в стыках дефекты влияют на подвижность границ и таким образом изменяют характер их миграции. Наличие избыточного свободного объема приводит также к снижению величины упругих модулей, поскольку большие искажения структуры ослабляют межатомные связи.

Характерной особенностью и одной из проблем УМЗ-материалов является нестабильность их структуры [7]. После завершения деформации в зернограничной области остается некоторая избыточная плотность «неусвоенных» границами дислокаций и продуктов их делокализации. С течением времени в УМЗ-структуре происходят процессы возврата и соответственно снижение уровня неравновесности границ зерен. На развитие процессов возврата и рекристаллизации существенным образом влияет «исходная» неравновесность. С ней, в частности, связан аномальный рост зерна при комнатной температуре, наблюдаемый в некоторых материалах, подвергшихся ИПД. По этой причине в таких структурах наблюдается относительно низкая температура пороговой рекристаллизации [8]. Закономерность этих процессов во многом неясна, и тем самым УМЗ-материалы вызывают интерес к изучению их при помощи различных структурно-чувствительных методов.

Методы внутреннего трения являются одним из таких эффективных инструментов изучения процессов, связанных со структурной перестройкой. Известно несколько работ (см. [9]), посвященных внутреннему трению в УМЗ- и нанокристаллических металлах, однако результаты их достаточно противоречивы. В работе [10] при частотах килогерцового диапазона исследованы низкотемпературные акустические свойства в крупнозернистом, УМЗ- и нанокристаллическом цирконии, полученном методом ИПД «осадка–выдавливание». На температурном спектре внутреннего трения изучаемого материала выявлены пики, связанные с термоактивированными релак-

сационными процессами типа Бордони и Хазигути, при этом модуль Юнга во фрагментированном цирконии, как и ожидалось, оказался ниже, чем в исходном крупнозернистом поликристалле. Результаты работы [11] показали, что при частоте 0.6 Hz в нанокристаллическом Zr (размер зерен  $\sim 100$  nm), полученном ИПД (прокаткой), наблюдается максимум при температуре 150 K, обусловленный относительно стабильными конфигурациями дислокационной структуры и не исчезающий после отжига (в течение часа) при температуре 573 K.

Настоящая работа посвящена исследованию низкотемпературных (78–300 K) акустических свойств в крупнокристаллическом и УМЗ-цирконии с целью установления влияния ИПД на упругие и неупругие характеристики при воздействии на материал высокочастотным полем малой амплитуды.

### Материалы и методы исследования

Материалом для экспериментальных исследований служил иодидный цирконий. Исходный слиток получили двойным электронно-лучевым переплавом, интегральная чистота материала характеризовалась величиной остаточного сопротивления  $\rho_{293}/\rho_{4.2} \approx 40$ . Размер зерен исходного поликристалла составлял 1–3  $\mu\text{m}$ . Для измерения акустических свойств из заготовки электроискровым способом вырезали образец Zr01 в форме параллелепипеда размером  $5.5 \times 5.5 \times 10$  mm. Оставшуюся часть слитка подвергали ИПД методом осадки–выдавливания сначала при температуре 500–550°C (величина истинной тепловой деформации  $\epsilon_{\text{warm}} \approx 1.2$ ), а затем при комнатной температуре (величина истинной холодной деформации  $\epsilon_{\text{cool}} \approx 3.7$ ). Значение истинной пластической деформации определялось выражением  $\epsilon = \ln \left( \frac{S_{\text{in}}}{S_{\text{fin}}} \right)$

( $S_{\text{in}}$  и  $S_{\text{fin}}$  – соответственно начальная и конечная площади поперечного сечения деформируемого материала). Из центра (образец Zr02) и края (образец Zr03) полученной заготовки при помощи электроискровой резки извлекали образцы в форме параллелепипеда с размерами соответственно  $5.6 \times 5.6 \times 5.3$  и  $6.0 \times 5.6 \times 5.4$  mm. Торцы исследуемых образцов притирали при помощи абразивных материалов до достижения ими необходимой степени плоскопараллельности и гладкости поверхности. Структурное состояние материала изучали при помощи метода рентгенографии в  $\text{Cu } K_{\alpha}$ -излучении.

Акустические исследования проводили методом импульсного акустического моста в схеме на прохождение, что позволяло одновременно измерять две акустические характеристики: скорость распространения и коэффициент поглощения продольного ультразвука. Возбуждение продольных волн в образцах осуществляли при помощи пьезопреобразователей из ниобата лития с собственной резонансной частотой 50 MHz. Для создания высокоэффективного акустического контакта в месте сопряжения образца и пьезопреобразователя использовали силиконовое масло. Измерения выполняли в режиме

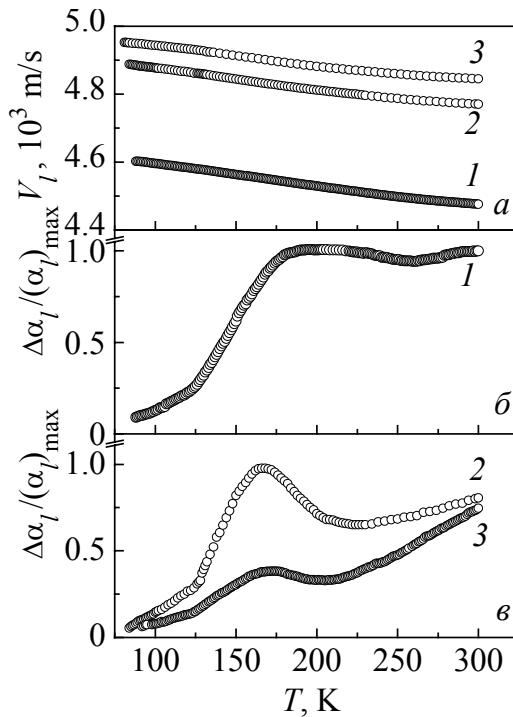
нагрева со скоростью 40 К/ч и температурным шагом 1 К. Скорость нагрева контролировали прецизионным терморегулятором РИФ 101. Измерения выполняли в амплитудно-независимой области внутреннего трения при амплитуде ультразвуковой деформации  $\varepsilon \sim 10^{-7}$ .

### Результаты и обсуждение

В процессе пластической деформации, как известно, часть необходимой для деформации энергии рассеивается в окружающую среду, а часть ее поглощается деформированным материалом в виде запасенной внутренней энергии. Эта накопленная энергия ассоциируется с изменениями структуры материала. Такими характерными структурными изменениями в ИПД-материалах является фрагментация исходной крупнокристаллической структуры с образованием неравновесной зернограничной области, насыщенной различного рода дефектами структуры. При экспериментальных исследованиях неравновесность границ зерен проявляется в размытом дифракционном контрасте на электронно-микроскопическом изображении, в наличии внутренних напряжений и изменении объема самого материала.

По данным рентгеновской дифрактометрии, в исследуемом УМЗ-цирконии обнаружена преимущественная ориентация. Анализ дифрактограмм указал на наличие аксиальной текстуры типа  $\langle 001 \rangle$ , ориентированной под углом  $60^\circ$  к направлению деформации. Ранее полученные результаты просвечивающей электронной микроскопии данного материала указывают на то, что его структура имеет однородное распределение по размерам ( $\sim 270$  nm) и большую разориентацию друг относительно друга областей, окруженных размытыми границами. Сформировавшаяся таким образом УМЗ-структура имеет большую ( $\sim 10^{11} \text{ cm}^{-2}$ ) плотность дислокаций, и тело зерна при этом практически свободно от них.

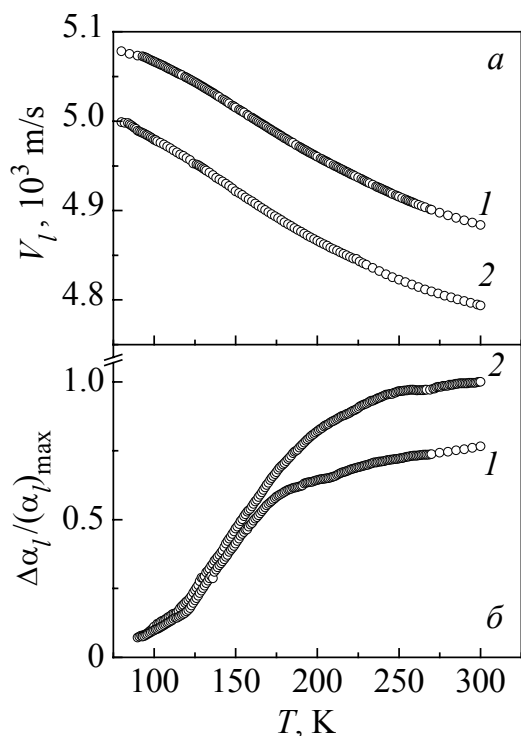
Данные акустических исследований в исходном крупнокристаллическом Zr01 и в свежedefормированном УМЗ Zr02 образцах представлены на рис. 1. Рис. 1,а демонстрирует температурную зависимость скорости распространения продольного ультразвука частотой 50 МГц в исходном крупнозернистом образце Zr01 (кривая 1) и в УМЗ-образце Zr02 параллельно (кривая 2) и перпендикулярно направлению деформации (кривая 3). Как видно из представленных данных, во всех рассмотренных случаях скорость имеет отрицательный температурный коэффициент. Такой ход температурной зависимости  $V_l$  связан с уменьшением упругих модулей в исследуемом материале вследствие теплового расширения. Пластическая деформация, как известно [12], приводит к снижению упругих модулей, а следовательно, и значения скорости звука ( $V_l \sim E^{1/2}$ ,  $E$  – модуль Юнга), ввиду ослабления межатомных связей в результате искажения кристаллической структуры. Кроме того, высвобождение дополнительных неупругих механизмов внутреннего трения, связанных с дефектностью структуры, также вносит вклад в уменьшение упругих характеристик деформированных материалов.



**Рис. 1.** Температурные зависимости скорости (а) и изменения коэффициента поглощения (б, в) продольного ультразвука частотой 50 МГц в цирконии: 1 – в исходном крупнозернистом поликристаллическом образце Zr01; 2, 3 – при распространении ультразвука соответственно параллельно и перпендикулярно направлению деформации в УМЗ-образце Zr02

Ранее [13] было установлено, что в материалах, подвергшихся ИПД, основной вклад в снижение упругих модулей дает движение зернограницных дислокаций в поле переменных механических напряжений, вызванных ультразвуковой волной. Однако приведенные экспериментальные данные ИПД-Zr показывают обратную картину. Так, значение скорости распространения продольного ультразвука в УМЗ-образце Zr02 в среднем на 7% выше, чем в крупнозернистом Zr01, при этом в УМЗ-материале наблюдается небольшое (~ 1.5%) различие в значении  $V_l$  в зависимости от направления распространения продольного ультразвука относительно направления деформации. Увеличение значения скорости продольного ультразвука в УМЗ-образце Zr02 обусловлено наличием текстуры деформации, а различие в значениях  $V_l$  при распространении продольного ультразвука параллельно и перпендикулярно направлению деформации является следствием анизотропии упругих свойств исследуемого материала [14].

Температурные зависимости изменения нормированного коэффициента поглощения продольного ультразвука частотой 50 МГц в крупнозернистом Zr01 и УМЗ Zr02 образцах представлены на рис. 1, б и в соответственно. В случае исходного крупнозернистого образца Zr01 (рис. 1, б) на температурной зависимости коэффициента поглощения проявляется широкий размытый максимум с температурой локализации ~ 185 К. Температурный спектр свежedefормированного УМЗ-образца Zr02 характеризуется ярко выраженным пиком внутреннего трения при температуре ~ 170 К при распространении ультразвука как параллельно (рис. 1, в, кривая 2), так и перпендикулярно направлению деформации (рис. 1, в, кривая 3). Следует отметить при этом, что кривая 2 демонстрирует 1-е измерение (1-й цикл охлаждения-нагрева), а



**Рис. 2.** Температурные зависимости скорости (а) и изменения коэффициента поглощения (б) продольного ультразвука частотой 50 МГц в УМЗ-образце ZrO<sub>2</sub> (10-й и 11-й циклы нагрева–охлаждения): 1 – распространение ультразвука перпендикулярно и 2 – параллельно направлению деформации

следующих акустических характеристик продольного ультразвука частотой 50 МГц. Как следует из приведенных данных, после выполненной серии измерений наблюдается необратимое изменение изучаемых акустических параметров: пик внутреннего трения вырождается в характерную S-образную зависимость, а скорость продольного ультразвука демонстрирует незначительный (~ 2%) рост независимо от ориентации волнового вектора ультразвука относительно направления деформации в исследуемом УМЗ-материале.

Необходимо также отметить, что проведенные дополнительные измерения температурной зависимости (8-й, 9-й циклы охлаждения–нагрева) коэффициента поглощения продольного ультразвука в УМЗ-образце ZrO<sub>2</sub> при частоте 20 МГц не выявили изменения температуры локализации наблюдаемого пика. Такая особенность  $\alpha_l(T)$  указывает на нерелаксационный характер обнаруженной аномалии коэффициента поглощения ультразвука в УМЗ-образце ZrO<sub>2</sub>.

Проанализируем вклад различных механизмов поглощения ультразвука в исследуемом интервале температур. Как известно, в кристаллических веще-

кривая 3 – 6-е. В ходе двух последующих измерений (2-й и 3-й циклы охлаждения–нагрева) коэффициента поглощения продольного ультразвука с ориентацией волнового вектора параллельно направлению деформации наблюдалось уменьшение высоты пика с постепенным вырождением его в плато.

При распространении ультразвука в УМЗ-образце ZrO<sub>2</sub> перпендикулярно направлению деформации вначале (4-е измерение) температурная зависимость коэффициента поглощения, начиная с  $T = 125$  К, проявляет крутой ход с характерными (подобно облученным материалам) нерегулярностями, которые при последующих циклах охлаждения–нагрева трансформируются в наблюдаемый пик внутреннего трения (рис. 1, в, кривая 3, 7-й цикл охлаждения–нагрева). Вычисленная согласно [15] энергия активации обнаруженного процесса составила ~ 0.1 eV.

Рис. 2 демонстрирует 10-е и 11-е измерения в УМЗ-образце ZrO<sub>2</sub>

ствах поглощение ультразвука хорошо объясняется механизмом Ахиезера. Ультразвуковая волна, проходя через кристалл, нарушает равновесное распределение Планка фононов. Восстановление равновесия в фононном газе требует увеличения энтропии и, следовательно, поглощения ультразвука. При условии, что  $\omega\tau \ll 1$ , коэффициент поглощения сводится к выражению [16]:

$$\alpha = 1.1 \frac{cT\gamma^2}{2\rho V_l^3} \omega^2 \tau,$$

где  $c$  – удельная теплоемкость,  $T$  – температура,  $\gamma$  – параметр Грюнайзена,  $\rho$  – плотность вещества,  $V_l$  – скорость продольного ультразвука,  $\omega$  – круговая частота,  $\tau$  – время релаксации тепловых фононов. Время релаксации обычно оценивается исходя из данных теплопроводности:

$$k = \frac{1}{3} c V_l^2 \tau.$$

Этот механизм приводит к квадратичной зависимости коэффициента поглощения  $\alpha_l$  от частоты и проявляется в виде  $S$ -образной кривой со слабой зависимостью от температуры выше плато теплопроводности. В пластически деформированных материалах основным вкладом в поглощение звука, зависящим от степени деформации, является дислокационное поглощение – потери на трение при движении дислокаций под воздействием приложенного знакопеременного напряжения ультразвуковой волны. В струнной модели Гранато–Люкке [17,18] дислокационное поглощение представлено выражением

$$\alpha = N \left( \frac{\omega^2}{\omega_0^2} \right) F(\omega) d \Lambda L^2,$$

где

$$N = \frac{2(1-\nu)}{V_l \pi^3}, \quad \omega_0 = \frac{1}{L} \left( \frac{2G}{\rho(1-\nu)} \right)^{1/2}, \quad F(\omega) = \left\{ \left[ 1 - \left( \frac{\omega^2}{\omega_0^2} \right)^2 \right] + \left( \frac{\omega}{\omega_0} \right)^2 \left( \frac{d}{\omega_0} \right)^2 \right\}^{-1},$$

$d = \frac{B}{2\pi\rho b^2}$  – величина демпфирования,  $B$  – коэффициент динамического

торможения,  $b$  – вектор Бюргерса,  $\rho$  – плотность,  $\omega$  – круговая частота,  $\Lambda$  – плотность дислокаций,  $\omega_0$  – собственная частота колебаний дислокационных сегментов,  $L$  – длина сегментов,  $G$  – модуль сдвига,  $V_l$  – скорость продольного ультразвука.

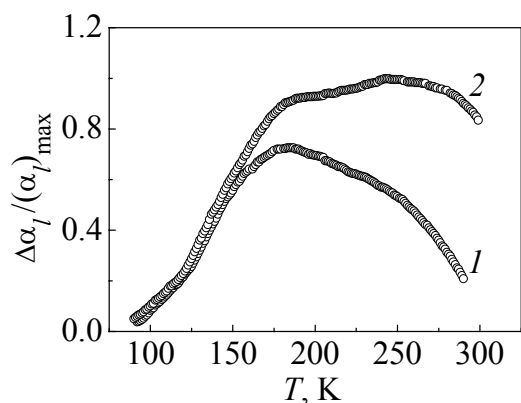
Дислокационное трение может привести к резонансным и гистерезисным потерям энергии ультразвуковой волны и проявляться на температурной зависимости в виде резонансных максимумов и нерегулярностей, вызванных взаимодействием колеблющихся дислокационных сегментов с различными стопорами.

Заметный вклад в поглощение ультразвука также могут давать термоактивированные релаксационные процессы. Коэффициент поглощения, обусловленный такими процессами, можно описать в рамках феноменологической модели Дебая:

$$\alpha = \frac{\Delta}{2V_l^3} \int \frac{\omega^2 \tau}{1 + \omega^2 \tau^2} f(\tau) d\tau,$$

где  $f(\tau)$  – функция распределения времени релаксации;  $\Delta$  – параметр, описывающий взаимодействия упругого поля с релаксационными модами;  $\omega$  – круговая частота;  $V_l$  – скорость продольного звука. Потери, вызванные релаксационными процессами, проявляются на температурной зависимости  $\alpha_l$  в виде пиков внутреннего трения, характерная особенность которых – смещение значения температуры локализации с увеличением частоты звука.

Таким образом, наблюдаемые нами в УМЗ-цирконии невоспроизводимые пики внутреннего трения являются проявлением его дислокационного механизма и могут быть результатом «лавиновых» процессов, происходящих в интенсивно деформированном материале вследствие интенсификации возврата дефектной структуры в неравновесной зернограничной области. Принимая во внимание, что значение температуры локализации наблюдаемых максимумов  $\sim 170$  К, а энергия активации  $\sim 0.1$  eV, и учитывая особенности гомологической температуры [8] и активационных параметров в материалах, подвергшихся ИПД, к таким процессам в УМЗ-цирконии можно отнести перераспределение, рекомбинацию и миграцию на стоки точечных дефектов, а также внезапное движение нестабильных дислокаций, возбужденных внешним знакопеременным полем ультразвуковой волны. Такие процессы носят, как известно, диффузионный характер и интенсивно происходят в свежedefормированных материалах, обладающих «исходной» неравновесностью, которая с течением времени снижается.



**Рис. 3.** Зависимость от температуры изменения коэффициента поглощения продольного ультразвука частотой 50 МГц в свежеприготовленном (1) и после вылеживания в течение года при комнатной температуре (2) УМЗ-образце ZrO3

формированных материалах, обладающих «исходной» неравновесностью, которая с течением времени снижается.

На рис. 3 представлены результаты температурной зависимости изменения нормированного коэффициента поглощения продольного ультразвука частотой 50 МГц с волновым вектором, ориентированным параллельно направлению деформации в УМЗ-образце ZrO3, свежedefормированном (кривая 1) и после его вылеживания при комнатной температуре в течение года (кривая 2). Приведенные данные указывают на уменьшение «исходной» неравно-



вности после вылеживания, однако неравновесная зернограничная область по-прежнему является источником неупругих явлений, высвобождающихся в процессе возврата и проявляющихся на температурной зависимости коэффициента поглощения в виде нерегулярностей. Следует отметить, что переход дефектов структуры в термодинамически равновесное состояние более интенсивно происходит в результате термоциклирования. По-видимому, этому способствуют возникающие в образце микроструктурные напряжения анизотропии термического расширения [19], а также знакопеременные напряжения, возбуждаемые продольной ультразвуковой волной. Уширение пика внутреннего трения, а также наличие спутного максимума при температуре  $\sim 240$  К на температурном спектре УМЗ-образца  $ZrO_3$  является следствием суперпозиции различных термоактивируемых структурных процессов, проявляющихся дополнительно в исследуемом образце при воздействии на него знакопеременным полем ультразвуковой волны. Причиной такого различия в температурной зависимости коэффициента поглощения в УМЗ-образцах  $ZrO_2$  и  $ZrO_3$ , вероятнее всего, является неоднородность деформации.

Наблюдаемое незначительное увеличение абсолютного значения скорости продольного ультразвука (рис. 3, кривая 1) после термоциклирования, вероятно, связано с перераспределением дефектов структуры в поле микронапряжений с частичной их рекомбинацией и аннигиляцией. Гладкий ход кривой температурной зависимости скорости свидетельствует об отсутствии реакции упругих модулей на происходящие структурные процессы и тем самым указывает на отсутствие аномального роста зерна, наблюдаемого ранее в материалах, подвергшихся ИПД. Уменьшение изменения скорости продольного ультразвука выше температуры 170 К является следствием повышения значения упругих модулей. Такое поведение есть результат демпфирования или стабилизации колеблющихся дислокационных сегментов точечными дефектами после миграции дефектов к дислокациям в процессе возврата. Более ясную картину эволюции структурных изменений в УМЗ-материалах, полученных методом ИПД, можно увидеть при условии сочетания акустических и структурных исследований.

В заключение хотелось отметить, что впервые упоминание о невоспроизводимых деформационных пиках внутреннего трения в слабдеформированном цирконии было сделано Хасигути и соавторами в работе [20]. На температурном спектре при частоте 1 кГц наблюдались два релаксационных пика при температуре 242 и 258 К (с близкими активационными параметрами), которые легко отжигались при комнатной температуре. По мнению авторов, наблюдаемые невоспроизводимые пики внутреннего трения являются результатом относительно нестабильного релаксационного взаимодействия конфигурации точечных дефектов с дислокациями. В настоящей работе релаксационная составляющая [21] взаимодействия дислокаций с точечными дефектами отсутствует. Наблюдаемое уменьшение коэффициента поглоще-

ния в УМЗ-цирконии (нисходящая ветвь выявленного пика), по-видимому, является результатом демпфирования или стабилизации мигрирующими дефектами дислокационных сегментов, движущихся в плоскостях скольжения под действием знакопеременного поля ультразвуковой волны.

### Выводы

Результаты экспериментальных исследований низкотемпературных акустических свойств в УМЗ-цирконии, полученном методом ИПД «осадка–выдавливание», выявили такие особенности:

1. Вследствие образования аксиальной текстуры деформации значение скорости распространения продольного ультразвука частотой 50 МГц в УМЗ-цирконии выше, чем в крупнозернистом поликристалле, и в УМЗ-материале наблюдается небольшое различие (в силу анизотропии упругих свойств) в значении  $V_l$  в зависимости от направления распространения ультразвука относительно направления деформации.

2. Деформационное старение УМЗ-циркония при комнатной температуре приводит к увеличению значения скорости ультразвука в результате повышения жесткости исследуемого материала.

3. На температурной зависимости коэффициента поглощения продольного ультразвука наблюдаемый при температуре 170 К невоспроизводимый максимум обусловлен высвобождением неупругих явлений в результате интенсивных процессов возврата структуры в зернограничной области, обладающей «исходной» неравновесностью.

4. Отжиг УМЗ-циркония при комнатной температуре в течение года не устраняет в полной мере неравновесность, в то время как термоциклирование активно способствует переходу дефектов структуры в более термодинамически устойчивое состояние с их частичной рекомбинацией и аннигиляцией. Этому, вероятно, благоприятствуют микронапряжения термической анизотропии.

5. Наблюдаемое уширение пика внутреннего трения, а также наличие спутного пика в УМЗ-образце ZrO<sub>3</sub> при температуре ~ 240 К является следствием проявления суперпозиции различных термоактивируемых структурных процессов.

1. Ф.З. Утяшев, ФТВД **20**, № 1, 7 (2010).
2. Р.З. Валиев, И.В. Александров, Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией, Логос, Москва (2000).
3. Р.А. Андриевский, А.М. Глезер, Успехи физических наук **179**, 337 (2009).
4. Г.А. Малыгин, Успехи физических наук **181**, 1129 (2011).
5. В.В. Столяров, Вестник научно-технического развития **3**, 54 (2010).
6. В.Н. Чувальдиев, Неравновесные границы зерен в металлах. Теория и приложения, Физматлит, Москва (2004).
7. Р.А. Андриевский, Успехи химии **71**, 967 (2002).

8. А.А. Симонова, М.В. Везуб, Дж. Каптай, Процеси механічної обробки в машинобудуванні вип. 11, 284 (2011).
9. М.Ю. Грязнов, В.Н. Чувальдиев, А.Н. Сысоев, В.И. Копылов, Вестник Нижегородского университета им. Лобачевского **2**(2), 147 (2010).
10. Е.Н. Ватажук, П.П. Паль-Валь, В.Д. Нацик, Л.Н. Паль-Валь, М.А. Тихоновский, А.Н. Великодный, П.А. Хаймович, ФНТ **37**, 210 (2011).
11. М.Б. Лазарева, В.С. Оковит, Л.А. Чиркина, В.В. Калиновский, И.Ф. Борисова, В.И. Соколенко, К.В. Ковтун, Вопросы атомной науки и техники. Серия «Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники» № 6, 32 (2009).
12. С.А. Головин, А.С. Пушкар, Д.М. Левин, Упругие и демпфирующие свойства конструкционных материалов, Металлургия, Москва (1987).
13. Ю.А. Буренков, С.П. Никоноров, Б.И. Смирнов, В.И. Копылов, ФТТ **45**, 2017 (2003).
14. U.F. Kocks, C.N. Tomé and H.-R. Wenk, Texture and Anisotropy, Cambridge University Press (1998).
15. В.С. Постников, Внутреннее трение в металлах, Металлургия, Москва (1974).
16. У. Мэзон, Физическая акустика. Динамика решетки, Мир, Москва (1968).
17. Л.Г. Меркулова, Ультразвуковые методы исследования дислокаций, Изд-во иностр. лит., Москва (1963).
18. Р. Труэл, Ч. Эльбаум, Б. Чик, Ультразвуковые методы в физике твердого тела, Мир, Москва (1972).
19. В.А. Лухачев, ФТТ **3**, 1827 (1961).
20. R.R. Hasiguti, N. Igata and G. Kamoshita, Acta Metall. **10**, 442 (1962).
21. У. Мэзон, Физическая акустика. Влияние дефектов на свойства твердых тел, Мир, Москва (1969).

*A.S. Bulatov, A.N. Velikodniy, V.F. Dolzhenko, V.S. Klochko, A.V. Korniets, M.A. Tihonovski*

## PECULIARITIES OF ACOUSTIC PROPERTIES IN ULTRAFINE ZIRCONIUM AT LOW TEMPERATURES

The paper presents the experimental data of the velocity  $V_l$  and attenuation coefficient  $\alpha_l$  of longitudinal ultrasound (50 MHz frequency) measurements in the temperature range of 78–300 K in polycrystalline coarse-grained and ultrafine zirconium. Ultrafine state with the average size of structural elements (grains, subgrains)  $\sim 270$  nm was achieved using intensive plastic deformation.

The measurements were carried out using impulse bridge method to determine the influence of intensive plastic deformation on the elastic and non-elastic characteristics when the sample is exposed to high-frequency elastic field of small plastic strain amplitude. Generation and detection of ultrasound waves was carried out with the help of lithium niobate piezoelectric transducer. The acoustic contact was achieved due to the use of silicone oil. The measurements were made when being heated in the amplitude free spot of internal friction. Both the velocity and ultrasound attenuation coefficient were measured in parallel.

The experiments proved that in the temperature range of 78–300 K at 50 MHz frequency in ultrafine zirconium, the longitudinal ultrasound velocity is  $\sim 7\%$  higher than in

isotropic coarse-grained zirconium due to the effect of the formatted texture after deformation. The dependence of ultrasound velocity on the ultrasound pointing wave vector direction with regard to the deformation direction, caused by the anisotropy of elastic characteristics in ultrafine zirconium, was found out. The temperature dependence of ultrasound attenuation coefficient shows a wide unplayable internal friction peak at  $\sim 170$  K temperature, caused by the return of the structure at non-equilibrium grain-boundary phase. The comparison of the obtained experimental data after thermal cycling and deformation aging of ultrafine zirconium points to the fact that the intensification of the structural return process after cold hardening is primarily caused by the thermal anisotropy of microstrain.

**Keywords:** intensive plastic deformation, velocity and attenuation of ultrasound, non-equilibrium grain-boundary phase

**Fig. 1.** Temperature dependences of the velocity ( $a$ ) and attenuation change ( $\bar{b}$ ,  $\bar{e}$ ) longitudinal ultrasound of 50 MHz frequency for zirconium: 1 – for the initial coarse-grained polycrystalline sample of Zr01; 2, 3 – the propagation of ultrasound is parallel and normal to the direction of deformation in the Zr02 ultrafine sample, respectively

**Fig. 2.** The temperature dependence of the velocity ( $a$ ) and attenuation change ( $\bar{b}$ ) longitudinal ultrasound of 50 MHz frequency for the Zr02 ultrafine sample (10-th and 11-th cycle of heating and cooling): 1 – the propagation of ultrasound is normal and 2 – parallel to the direction of deformation

**Fig. 3.** Temperature dependence of the attenuation change longitudinal ultrasound of 50 MHz frequency for freshly prepared Zr03 ultrafine sample (1) and after deformation aging (one year) at room temperature (2) one