

# Неустойчивость пластической деформации нанокристаллического титана при низких температурах

Р.В. Смолянец, В.А. Москаленко

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

Статья поступила в редакцию 21 февраля 2017 г., после переработки 1 марта 2017 г., опубликована онлайн 25 июля 2017 г.

Изучено влияние изменения размера зерна от микронного до наномасштабного значений на локализацию пластической деформации титана при квазистатическом растяжении при низких температурах. Определено влияние скорости деформационного упрочнения и скоростной чувствительности деформирующего напряжения на резкое уменьшение равномерной деформации при растяжении нанокристаллического титана. Установлено, что появление в наноматрице зерен субмикронного размера (создание бимодальной структуры) приводит к повышению пластичности титана. Этот эффект усиливается при низких температурах в результате активизации двойникования в более крупных зернах.

Вивчено вплив зміни розміру зерна від мікронного до наномасштабного значень на локалізацію пластичної деформації титану при квазістатичному розтягуванні при низьких температурах. Визначено вплив швидкості деформаційного зміцнення та швидкісної чутливості деформуючої напруги на різке зменшення рівномірної деформації при розтягуванні нанокристалічного титану. Встановлено, що поява у наноматриці зерен субмікронного розміру (створення бімодальної структури) призводить до підвищення пластичності титану. Цей ефект посилюється при низьких температурах у результаті активізації двійникування у більших зернах.

PACS: 62.25.-g Механические свойства наноразмерных систем;  
62.20.F- Деформация и пластичность.

Ключевые слова: Нанокристаллический титан, неустойчивость пластической деформации, низкие температуры.

Большой интерес к изучению свойств нанокристаллических (НК) материалов обусловлен их высокой прочностью, повышенной коррозионной и радиационной стойкостью, улучшенной биосовместимостью и биоактивностью [1,2]. В то же время низкая пластичность, связанная с проявлением пластической неустойчивости на ранней стадии деформации, ограничивает возможности реализации уникальных свойств материалов данного класса. В макроскопическом масштабе пластическая деформация образца при растяжении до начала локализации (образования «шейки») является условно равномерной. При дальнейшей деформации происходит ее локализация, площадь поперечного сечения образца уменьшается и вид кривой нагрузка-удлинение изменяется.

Как известно, условием проявления неустойчивости пластического течения является неравенство (критерий Консидэ):

$$\left(\frac{\partial \sigma}{\partial e}\right)_e \leq \sigma, \quad (1)$$

где  $\sigma$  и  $e$  — истинное напряжение и истинная деформация соответственно. Из неравенства Консидэ следует, что в силу высокой прочности наноструктурные материалы отличаются меньшей пластичностью. Неустойчивости пластической деформации способствуют как высокий уровень напряжения течения, так и низкие значения скорости деформационного упрочнения. Поэтому для оптимизации процессов получения и при использовании материалов данного класса необходимо располагать

информацией о влиянии структурного состояния и условий деформирования на их пластичность.

В настоящей работе изучено влияние размера зерна от микронного до наномасштабного значений на неустойчивость (локализацию) пластического течения титана при квазистатическом растяжении при низких температурах. Определено влияние скорости деформационного упрочнения, деформирующего напряжения и его скоростной чувствительности на резкое уменьшение равномерной пластичности при растяжении НК титана.

Образцы объемного НК титана технической чистоты ВТ1-0 с различным средним размером зерен получены с использованием метода криомеханической фрагментации зеренной структуры (КМФЗ), одним из вариантов которого является прокатка при температуре жидкого азота [3]. Используя этот метод, впервые был получен объемный НК титан со средним размером зерен  $d \sim 35$  нм [3] и показано, что совмещение процессов криодеформации и отжига позволяет варьировать средний размер зерен от нано- до микрометровых размеров. Согласно электронномикроскопическим исследованиям, в результате последующего после криопробатки изотермического отжига при температурах 525 и 725 К в течение 45 минут в вакууме  $3 \cdot 10^{-3}$  Па получены образцы со средним размером зерен 40 и 80 нм, соответственно [4]. Структурное состояние с зерном 40 нм можно отнести к мономодальному в том смысле, что размеры практически всех зерен отвечают только нанокристаллическому интервалу ( $d \lesssim 100$  нм). Второе наноструктурное состояние со средним размером зерен  $d \sim 80$  нм можно описать как комбинацию НК матрицы, состоящей из равноосных нанозерен с размерами в диапазоне  $d = 20\text{--}100$  нм, и хаотически распределенной небольшой доли ( $\sim 15\%$ ) более крупных зерен субмикронного размера  $d = 100\text{--}400$  нм. Такое наноструктурное состояние в литературе часто называют бимодальным [5]. Для сравнения использовались также образцы крупнозернистого титана (средний размер зерна  $d \approx 2$  мкм), полученные в результате отжига НК титана при температуре 943 К.

Образцы на растяжение в форме двойных лопаток с размерами рабочей части  $0,6 \times 5 \times 25$  мм вырезали из полосы соответствующей толщины в направлении прокатки с использованием штампа. Механические свойства определялись в опытах по квазистатическому одноосному растяжению при начальной скорости деформации  $\dot{\epsilon} \approx 2 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$  и фиксированных значениях температуры 77, 180 и 293 К. При определении скорости деформационного упрочнения  $(\partial\sigma/\partial\epsilon)_\dot{\epsilon}$  и скоростной чувствительности напряжения течения  $m = (\partial \ln \sigma / \partial \ln \dot{\epsilon})$  полученные в эксперименте инженерные диаграммы растяжения перестраивались в координатах «истинное напряжение–истинная деформация».

Значения параметра скоростной чувствительности  $m$  для образцов титана с различным размером зерна опре-

делены в экспериментах по регистрации скачка напряжения при изменении скорости пластической деформации в пять раз, как в большую, так и меньшую сторону.

На рис. 1 приведены диаграммы растяжения образцов титана ВТ1-0 со средним размером зерен  $d$ , равным 40, 80 и 2 мкм при температурах 293, 180 и 77 К. Видно, что уменьшение среднего размера зерен в данном интервале значений вызывает увеличение прочностных характеристик более чем в два раза. Например, условный предел текучести  $\sigma_{0,2}$  увеличивается от 310 до 820 МПа при температуре 293 К и от 530 до 1140 МПа при 77 К, что согласуется с соотношением Холла–Петча [6,7]. Формирование НК состояния приводит к сильному уменьшению резерва пластичности титана (рис. 1). При умень-

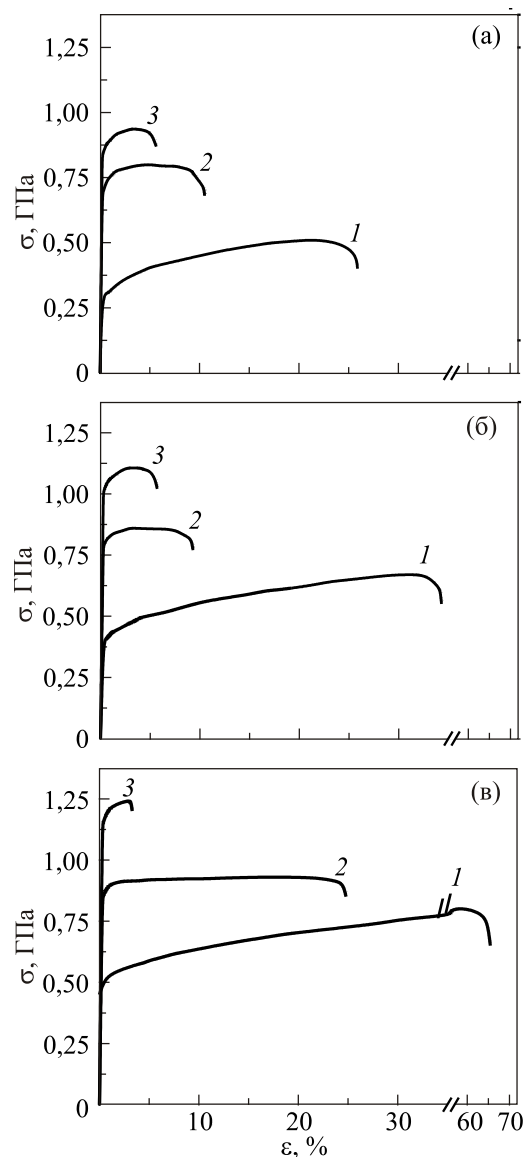


Рис. 1. Инженерные диаграммы растяжения в координатах «напряжение–пластическая деформация» для титана ВТ1-0 со средним размером зерен  $d$ : 2 мкм (1), 80 нм (2), 40 нм (3) при температурах  $T$ , К: 293 (а), 180 (б) и 77 К (в).

шении размера зерна от 2 мкм до 40 нм относительное удлинение до разрушения при температуре 293 К падает в пять раз, а при 77 К — в 10 раз. В образцах с бимодальной структурой, где в НК матрице находится доля (~15%) зерен с субмикронным размером и дополнительно к скольжению активизируется двойникование [4], наблюдается лишь двукратное падение пластичности. Визуально после относительно небольшой степени пластической деформации на поверхности образца с наноразмерным зерном наблюдается формирование зоны неравномерной деформации в виде локализованного сдвига [8].

Выражение (1), записанное как  $h = (1/\sigma)(\partial\sigma/\partial e)_\dot{\epsilon} = 1$ , где  $h$  — безразмерный параметр упрочнения, может быть использовано для определения равномерной деформации. На рис. 2 представлены зависимости  $h(e)$ , по которым при  $h = 1$  найдены значения равномерной деформации  $e_u$  для образцов с различным размером зерна при температурах 293, 180 и 77 К. Результаты графических оценок приведены в табл. 1. Наиболее резкое уменьшение параметра упрочнения  $h$  с деформацией наблюдается для образцов с мономодальной НК структурой. Введение с помощью отжига в НК матрицу некоторой доли зерен субмикронных размеров делает зависимости  $h(e)$  более плавными, а найденные значения равномерной деформации  $e_u$  более высокими. Такое положительное влияние бимодальной структуры на пластичность при растяжении обнаружено в нескольких исследованиях [3,5]. Наблюдаемые закономерности в зависимостях  $h(e)$  могут быть объяснены сменой деформационных механизмов с уменьшением размера зерна [9]. В частности, при уменьшении  $d$  от микронных/субмикронных до нанометровых значений механизмы деформации, связанные с внутризеренной микроструктурой, изменяются на зернограничное проскальзывание или поворот зерен (см. литературу к статье [9]).

Отметим, что критерий Консидэ основан исключительно на соотношении между напряжением и деформацией. Уравнение (1), используемое для количественной обработки деформационной кривой, не включает в себя переменные структурного состояния материала (дислокации, другие структурные элементы), а деформация  $e$  не является переменной, которая их отражает. Однако последние исследования показали, что это соотношение тесно связано с эволюцией субструктуры. Так, стадийный характер деформационного упрочнения титана вдоль кривой напряжение–деформация, обусловленный эволюцией микроструктуры, был обнаружен нами ранее в работах [4,10].

В то же время в уравнении Консидэ не учитывается скоростной фактор, связанный с увеличением локальной скорости деформации при образовании шейки. Повышение напряжения течения, обусловленное его зависимостью от скорости деформации, может эффективно подавлять образование шейки, расширяя область пла-

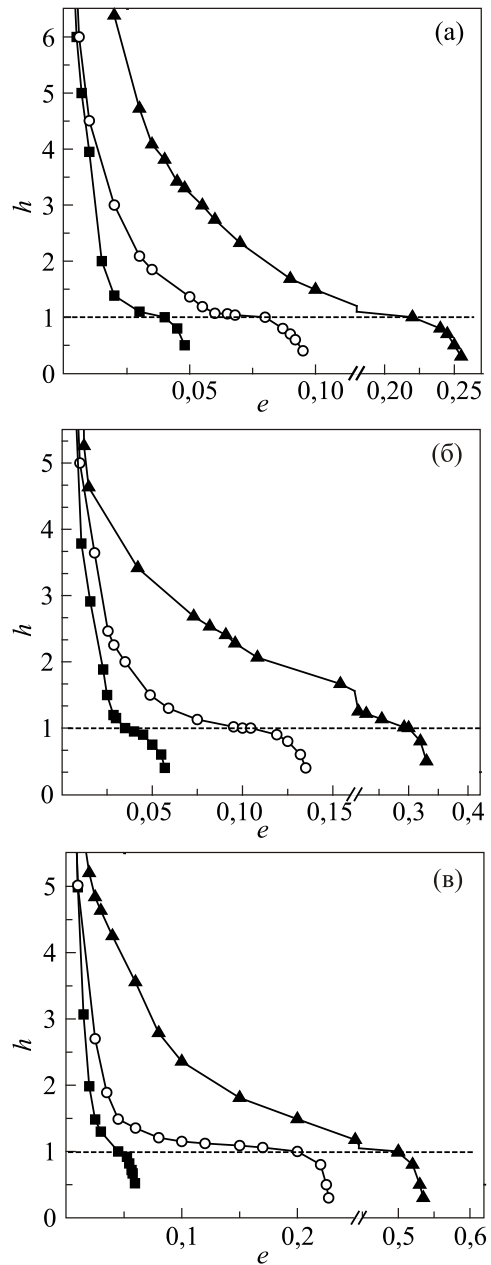


Рис. 2. Зависимости параметра деформационного упрочнения  $h = (1/\sigma)(\partial\sigma/\partial e)$  от степени пластической деформации  $e$  для титана ВТ1-0 со средним размером зерен  $d$ : 2 мкм (▲), 80 нм (○), 40 нм (■) при температурах  $T$ , К: 293 (а), 180 (б) и 77 К (в).

стической стабильности. Учет скоростной чувствительности напряжения течения  $m = (\partial \ln \sigma / \partial \ln \dot{\epsilon})$  был сделан в критерии неустойчивости Харта [11]:

$$\frac{1}{\sigma} \left( \frac{\partial \sigma}{\partial e} \right)_\dot{\epsilon} - 1 + \frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln \dot{\epsilon}} \leq 0. \quad (2)$$

Если исходить из безразмерного параметра упрочнения  $h = (1/\sigma)(\partial\sigma/\partial e)_\dot{\epsilon}$  и параметра чувствительности к скорости деформации  $m$ , критерий Харта для неустойчивой деформации может быть представлен как  $h + m \leq 1$ . То

Таблица 1. Значения равномерного удлинения  $e_u$  и скоростной чувствительности напряжения течения  $m$  для титана ВТ1-0 со средним размером зерен  $d = 2$  мкм, 80 нм, 40 нм при температурах 293, 180, 77 К

T, К		Размер зерна $d$ , мкм		
		2	0,080	0,040
293	$e_u$	0,22	0,08	0,04
	$m$	0,021	0,014	0,011
180	$e_u$	0,28	0,10	0,045
	$m$	0,012	0,0085	0,008
77	$e_u$	0,50	0,20	0,045
	$m$	0,006	0,005	0,004

есть повышение  $h$  и/или  $m$  приводит к задержке выполнения данного неравенства. В частности, учет скоростной чувствительности может быть важен при анализе пластических свойств НК материалов, в которых наблюдается существенное изменение величины  $m$  при уменьшении размера зерна [12].

Из приведенных в табл. 1 данных следует, что при изменении среднего размера зерна от 2 мкм до 40 нм скоростная чувствительность титана при комнатной температуре падает в два раза ( $m$  уменьшается от 0,022 до 0,011). При низких температурах  $m$  для НК состояния мало отличается от наблюдаемого для КЗ титана (см. табл. 1). Таким образом, экспериментальные значения  $m$  малы и не влияют на устойчивость.

Отметим, что уменьшение скоростной чувствительности при измельчении зерна присуще также НК и УМЗ ОЦК металлам [12]. В противоположность этому для НК ГЦК металлов параметр  $m$  в области комнатных температур заметно увеличивается по сравнению с КЗ аналогом [12]. Наиболее вероятно, что отмеченные различия в зависимостях скоростной чувствительности напряжения течения от величины зерна связаны с конкретными дислокационными механизмами, контролирующими пластическую деформацию этих металлов.

В КЗ титане технической чистоты, контролирующим механизмом является термически активированное преодоление дислокациями локальных барьеров [13], создаваемых примесными атомами внедрения. При этом термическая составляющая деформирующего напряжения практически не зависит от величины зерна и пластической деформации [10]. Было установлено, что скоростная чувствительность  $m$ , которая является откликом термической составляющей напряжения течения на изменение скорости деформации, как для КЗ, так и для НК титана не зависит от пластической деформации и не изменяется вдоль кривой упрочнения. Это может быть косвенным свидетельством сохранения контролирующей роли примесного механизма в титане, по крайней мере, при уменьшении размера зерна до  $\sim 100$  нм. Упрочнение в процессе растяжения обусловлено ростом

атермической составляющей напряжения течения, которая определяется формирующейся деформационной микроструктурой. В КЗ титане при низких температурах она состоит из хаотически распределенных винтовых дислокаций высокой плотности и двойников [14]. При невозможности накопления дислокаций в наноразмерном зерне и малой вероятности возникновения двойников интенсивность деформационного упрочнения резко падает. С другой стороны, из выражений (1) и (2) следует, что при свойственных НК титану высоких значениях  $\sigma$  сохранение достаточного уровня равномерной деформации возможно при высокой скорости деформационного упрочнения и/или скоростной чувствительности. Однако, приведенные на рис. 2 и в табл. 1 значения  $h$  и  $m$  указывают на малую возможность повышения устойчивости пластического течения НК титана за счет увеличения скоростной чувствительности. В данном случае решающим становится геометрическое разупрочнение, которое приводит к развитию локализации с образованием полосы сдвига на раннем этапе деформации и сильному падению равномерной деформации.

Авторы благодарны Н.В. Исаеву за полезные и конструктивные замечания по тексту рукописи.

1. M.A. Meyers, A. Mishra, and D.J. Benson, *Progr. Mat. Sci.* **51**, 427 (2006).
2. Yu. Estrin and A. Vinogradov, *Acta Mater.* **61**, 782 (2013).
3. В.А. Москаленко, А.Р. Смирнов, А.В. Москаленко, *ФНТ* **35**, 1160 (2009) [*Low Temp. Phys.* **35**, 905 (2009)].
4. В.А. Москаленко, А.Р. Смирнов, Р.В. Смолянец, *ФНТ* **40**, 1071 (2014) [*Low Temp. Phys.* **40**, 837 (2014)].
5. Y. Wang, M. Chen, F. Zhou, and E. Ma, *Natura* **419**, 912 (2002).
6. E.O. Hall, *Proc. Phys. Soc. (London) B* **64**, 747 (1951).
7. N.J. Petch, *J. Iron Steel Inst.* **174**, 25 (1953).
8. А.В. Русакова, С.В. Лубенец, Л.С. Фоменко, В.А. Москаленко, *ФНТ* **38**, 1240 (2012) [*Low Temp. Phys.* **38**, 980 (2012)].
9. Y.T. Zhu, X.Z. Liao, and X.L. Wu, *Progr. Mater. Sci.* **57**, 1 (2012).
10. В. А. Москаленко, А.Р. Смирнов, В.Н. Ковалева, В.Д. Нацик, *ФНТ* **28**, 1310 (2002) [*Low Temp. Phys.* **28**, 935 (2002)].
11. E.W. Hart, *Acta Mater.* **15**, 351 (1967).
12. Q. Wei, *J. Mater. Sci.* **42**, 1709 (2007).
13. V.N. Kovaleva, V.A. Moskalenko, and V.D. Natsik, *Phil. Mag.* **70**, 423 (1994).
14. V.A. Moskalenko and A.R. Smirnov, *Mater. Sci. Eng. A* **246**, 282 (1998).

## Instability of the plastic flow of nanocrystalline titanium at low temperatures

R.V. Smolianets and V.A. Moskalenko

The effect of grain size variation from micrometer- to nano-scale values on the localization of the plastic flow of titanium under quasi-static tension at low temperatures was studied. The influence of the strain hardening rate, true stress and its strain rate sensitivity on the sharp decrease in uniform strain during tension of nanocrystalline titanium was determined. An in-

crease in ductility is favored by the introduction of a grain fraction with submicron grains into the nanocrystalline matrix (the creation of a bimodal structure). The effect is enhanced at low temperatures as a result of activation of twinning in larger grains.

PACS: **62.25.-g** Mechanical properties of nanoscale systems;  
62.20.F- Deformation and plasticity.

**Key words:** Nanocrystalline titanium, instability plastic flow, low temperatures.