

Механические свойства ультрамелкозернистого циркония в интервале температур 4,2–300 К

Е.Д. Табачникова, А.В. Подольский, В.З. Бенгус, С.Н. Смирнов,
В.Д. Нацик

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

В.М. Ажажа, М.А. Тихоновский, А.Н. Великодный, Н.Ф. Андриевская,
Г.Е. Сторожилов, Т.М. Тихоновская

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

Статья поступила в редакцию 4 июня 2008 г., после переработки 4 июля 2008 г.

В интервале температур 4,2–300 К изучены механические свойства при одноосном сжатии цилиндрических образцов ультрамелкозернистого (УМЗ) циркония (размер зерен ~ 0,4 мкм), полученного интенсивной пластической деформацией (ИПД) — комбинацией методов экструзии, отжига, волочения. Измерены механические характеристики УМЗ циркония в двух структурных состояниях и проведено их сравнение между собой и с характеристиками крупнозернистых поликристаллов этого материала (состояние 1 — образцы после ИПД, состояние 2 — после ИПД и отжига). Установлено, что измельчение зерен под действием ИПД существенно повышает величину предела текучести поликристаллов (в 6 раз при 300 К и в 4 раза при 77 К) при сохранении достаточно большого ресурса пластичности до 15%. На диаграммах деформирования УМЗ циркония зарегистрировано существование двух стадий деформационного упрочнения и уменьшение с ростом деформации активационного объема процесса пластического течения. Сделан вывод об идентичности основных механизмов, определяющих пределы текучести и деформационное упрочнение ультрамелкозернистого и крупнозернистого циркония: параллельное протекание и взаимное влияние внутривзеренного дислокационного скольжения и двойникования.

В температурному інтервалі 4,2–300 К вивчено механічні властивості при стисненні вздовж осі циліндричних зразків ультрадрібнозернистого (УДЗ) цирконію (розмір зерна ~ 0,4 мкм), котрий одержано інтенсивною пластичною деформацією (ІПД) — комбінацією методів екструзії, відпалу, волочення. Виміряно механічні характеристики УДЗ цирконію у двох структурних станах та проведено їх порівняння між собою та з характеристиками крупнозернистих полікристалів цього матеріалу (стан 1 — зразки після ІПД, стан 2 — після ІПД та відпалу). Встановлено, що подрібнення зерен під дією ІПД істотно збільшує величину границі плинності полікристалів (в 6 разів при 300 К і в 4 рази при 77 К) при збереженні достатньо великого ресурсу пластичності до 15 %. На діаграмах деформування УДЗ цирконію зареєстровано наявність двох стадій деформаційного зміцнення і зменшення зі зростанням деформації активацийного об'єму процесу пластичної плинності. Зроблено висновок про ідентичність головних механізмів, що визначають границю плинності та деформаційне зміцнення ультрадрібнозернистого та крупнозернистого цирконію: паралельне протікання та взаємний вплив внутривзеренного дислокаційного ковзання і двійникування.

PACS: 62.25.-g Механические свойства наномасштабных систем;
62.72.Mm Границы зерен и двойников;
62.20.F- Деформация и пластичность.

Ключевые слова: цирконий, ультрамелкозернистые металлы, пластичность, деформационное упрочнение.

1. Введение

В настоящее время активно изучаются физико-механические свойства поликристаллических металлов, полученных с помощью различных видов интенсивной пластической деформации (ИПД), которая приводит к формированию в них ультрамелкозернистых (УМЗ) структур с размерами фрагментов порядка 0,1 мкм [1]. Столь сильное измельчение зерен в поликристаллах весьма значительно изменяет их функциональные свойства, они приобретают аномально высокую прочность при сохранении или даже увеличении ресурса пластичности [1,2]. УМЗ материалы представляют значительный интерес для различных областей криогенной техники, поэтому актуальным является изучение физических и механических свойств этих материалов в условиях умеренного и глубокого охлаждения при температурах жидкого азота и гелия соответственно [3].

Известно [1,4], что характер изменения структуры при ИПД существенно зависит от типа кристаллической решетки металла. Фрагментация (разбиение исходных зерен на более мелкие образования) в металлических поликристаллах с ГПУ решеткой происходит более интенсивно по сравнению с ОЦК и ГЦК материалами: это обусловлено многообразием кристаллографических мод деформации, в частности, двойникованием, вклад которого особенно существен при низких температурах. Существует достаточно много исследований, посвященных изучению в широкой области температур механических свойств УМЗ титана, типичного представителя ГПУ металлов [1,3]. В то же время работ, посвященных изучению механических свойств УМЗ циркония, в литературе мало [5–7], несмотря на перспективы его возможного промышленного применения как высокопрочного конструкционного материала, в частности в ядерной энергетике. В настоящее время отсутствуют однозначные представления о физических механизмах, которые определяют механические свойства УМЗ Zr при температурах ниже 300 К; не установлены границы применимости к УМЗ Zr представлений о механизмах пластической деформации крупнозернистого поликристаллического Zr, которые основаны на имеющихся довольно обширных экспериментальных данных, а также на результатах теоретического анализа и численного моделирования процессов деформации и разрушения этого материала [8–13].

В связи с этим целью настоящей работы является экспериментальное исследование в интервале температур 4,2–300 К механических свойств ультрамелкозернистого циркония, полученного комбинированием экструзии, волочения и отжига, и сопоставление их со свойствами крупнозернистых поликристаллов.

2. Материалы и методы исследования

Материалом для проведения исследований служил йодидный поликристаллический цирконий, подвергнутый двойному электронно-лучевому переплаву. Средний размер зерен в исходных слитках составлял 1–2 мм, а суммарное содержание примесей около 0,1 вес. %, в том числе гафния — 0,05 %, углерода — 0,01 %, кислорода — 0,07 %, железа — 0,01 %. Величина относительного остаточного сопротивления материала $\rho_{293}/\rho_{4,2} \approx 40$.

Слитки диаметром 50 мм выдавливали в прутки диаметром 10 мм при температуре 850 К. Затем прутки отжигали при 850 К в течение 3 часов, что приводило к рекристаллизации структуры и формированию зерен размером 5–15 мкм. Интенсивную пластическую деформацию прутка проводили волочением при комнатной температуре до диаметра 3 мм без промежуточных отжигов (истинная деформация волочением равна 2,4). После этого прутки подвергали шлифовке и химической полировке, а затем электроискровой резкой разрезали на цилиндрические образцы диаметром 2,5 мм и высотой 6 мм для механических испытаний на сжатие. Ось цилиндров совпадала с направлением оси текстуры $\langle 10\bar{1}0 \rangle$, возникшей в прутках циркония в процессе волочения.

Исследовали образцы в двух состояниях: исходном (состояние 1) и после отжига при 610 К в течение 3 часов (состояние 2). В ряде образцов, подвергнутых разным степеням деформации в процессе волочения, проводили исследования микроструктуры в продольных и поперечных срезах на сканирующем электронном микроскопе TESLA BS-613. На основе компьютерной обработки снимков был проведен статистический анализ и построены функции распределения зерен (субзерен) по размерам.

Механические характеристики образцов изучали при температурах 300, 170, 77 и 4,2 К путем регистрации зависимостей нагрузка–время при деформировании образцов сжатием вдоль оси образца со скоростью относительной деформации $5 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ на деформационной машине МРК-3 (жесткость $7 \cdot 10^6 \text{ Н/м}$). Полученные кривые перестраивались в диаграммы «напряжение—пластическая деформация» $\sigma(\epsilon)$, на которых определяли условный предел текучести $\sigma_{0,2}$, напряжение начала стадии легкого скольжения σ_{phys} , максимальные достигнутые напряжение σ_f и деформацию ϵ_f . Деформирование прекращали ввиду существенного изменения формы образцов, затрудняющего определение истинных значений σ и ϵ . Величину σ определяли как отношение нагрузки к начальной площади поперечного сечения образца, значение ϵ вычисляли как отношение изменения длины образца, обусловленного пластической деформацией, к его начальной длине.

Были также определены значения активационного объема для процесса пластической деформации при температурах 300, 170 и 77 К. Для этого использовали метод релаксации деформирующего напряжения после остановки деформационной машины: регистрировали зависимость напряжения от времени $\sigma_R(t)$ (t — время от начала релаксации) и вычисляли значения активационного объема V по стандартной формуле [14]:

$$V = kT \frac{d \ln(-\dot{\tau}(t))}{d\tau(t)}, \quad (1)$$

здесь $\tau(t)$ и $\dot{\tau}(t)$ — напряжение сдвига в плоскости скольжения и его производная по времени, T — температура, k — постоянная Больцмана. В качестве напряжения сдвига τ выбирали напряжение $\tau = 0,5\sigma$. Формула (1) обычно используется при исследовании поликристаллов в области однородной деформации, ее применение в настоящей работе, как будет показано в обсуждении результатов, обосновано наблюдаемым пространственным распределением макроскопической пластической деформации в исследованных образцах УМЗ Zr.

3. Экспериментальные результаты и их обсуждение

3.1. Микроструктура образцов после деформации волочением

Электронномикроскопические исследования продольных и поперечных срезов показали, что микроструктура прутков на начальных стадиях деформации волочением крайне неоднородна. По мере увеличения степени деформации волочением микроструктура становится более однородной. Однако даже при деформации волочением, равной 2,4 (состояние 1), микроструктура в поперечном сечении прутка содержала наряду с мелкими субзернами размером 0,1–0,4 мкм также более крупные субзерна размером в несколько микрон (рис. 1, а, б). Гистограмма распределения субзерен по размерам в поперечном сечении образцов представлена на рис. 1, в.

В продольном сечении образцов наблюдается типичная для деформации волочением полосчатая структура, т.е. субзерна, сильно вытянутые в направлении оси волочения (рис. 2).

В результате проведенного отжига структура претерпевает некоторые изменения (рис. 3, а). Тело субзерен очищается от скоплений дислокаций, а размеры субзерен несколько уменьшаются. Так, средний размер субзерен уменьшился от 0,4 мкм до 0,3 мкм, а наиболее вероятное значение размера субзерна уменьшилось от 0,25 мкм до 0,23 мкм (рис. 3, б, в). Это, очевидно, обусловлено процессами перемещения дислокаций в хо-

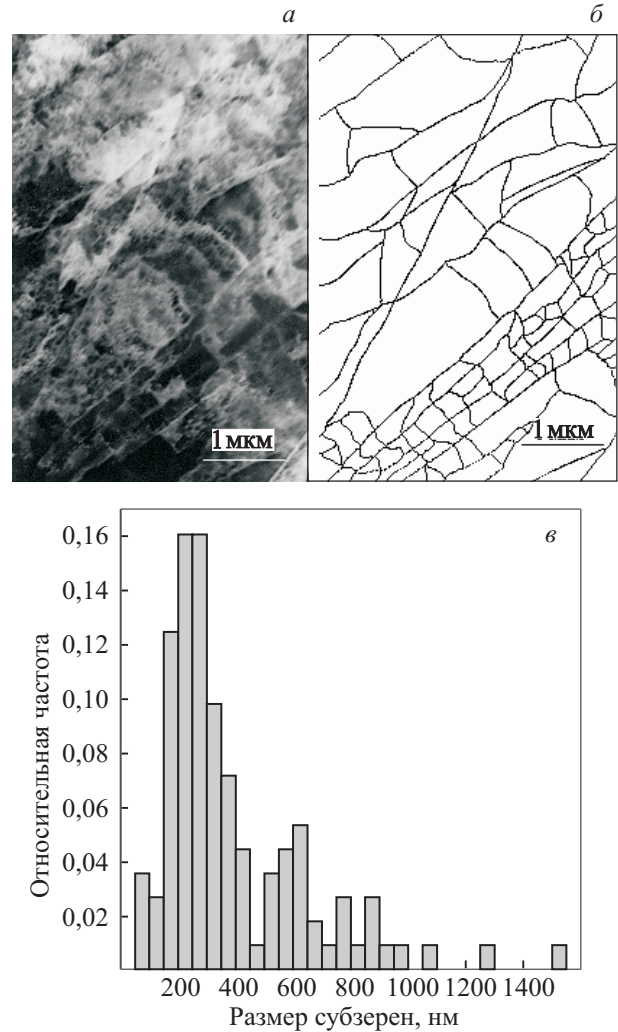


Рис. 1. Электронномикроскопический снимок поперечного среза образца после экструзии и деформации волочением (структурное состояние 1) (а), результат компьютерной обработки снимка (б) и гистограмма распределения субзерен по размерам (в) (данные по нескольким снимкам).

де отжига из тела субзерен на их границы и процессами полигонизации, что приводит к увеличению разориентации субзерен и появлению новых границ.

3.2. Предел текучести УМЗ циркония

В таблице 1 приведены типичные значения величин $\sigma_{0,2}$ и других механических характеристик, полученные при разных температурах для УМЗ циркония в двух состояниях, а также значения $\sigma_{0,2}$ при 300 и 77 К для крупнозернистого (КЗ) Zr [10], для которого направление оси сжатия и текстурное состояние (вдоль направления прокатки) были аналогичны нашим образцам.

Из данных табл. 1 видно, что при комнатной температуре для УМЗ циркония в первом состоянии значение $\sigma_{0,2}$ в шесть раз больше, чем для крупнозернистых образцов. Такое увеличение $\sigma_{0,2}$ обусловлено уменьшением среднего размера зерна d от 20 до

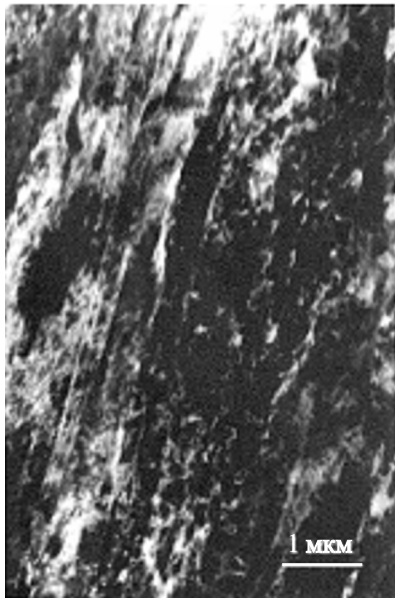


Рис. 2. Микроструктура образца в продольном сечении после экструзии и деформации волочением (структурное состояние 1).

0,4 мкм и качественно соответствует закону Холла–Петча. При понижении температуры это различие несколько уменьшается, но остается довольно значительным — приблизительно в 4 раза при 77 К. Иллюстрацией температурных зависимостей $\sigma_{0,2}(T)$ поликристаллов Zr в различных структурных состояниях служит рис. 4. На рисунке видно, что во всем температурном интервале для состояния 2 значения $\sigma_{0,2}$ меньше, чем для состояния 1, причем разность величин $\sigma_{0,2}$ в состояниях 1 и 2 увеличивается с понижением температуры. Наблюдаемое различие в значениях $\sigma_{0,2}$ (при незначительном уменьшении среднего размера зерен во втором состоянии по сравнению с первым) означает, что эта величина определяется не только размером зерен, но и внутривзеренной структурой. Низкотемпературный отжиг (состояние 2) ведет к зна-

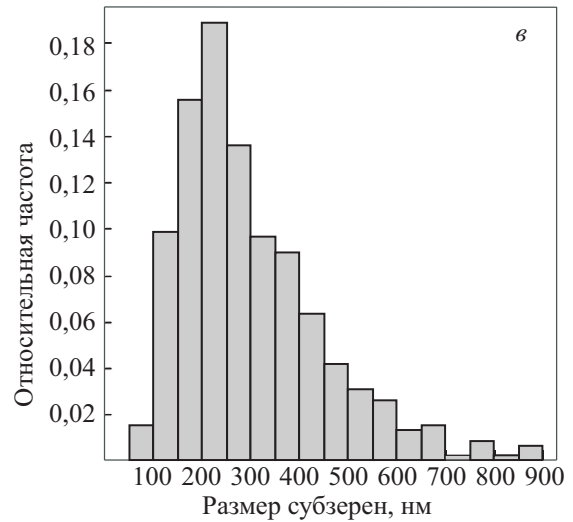
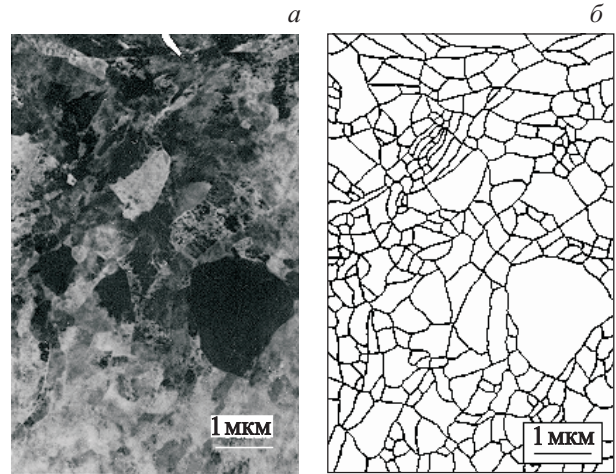


Рис. 3. Электронномикроскопический снимок поперечного среза отожженного образца (структурное состояние 2) (а), результат компьютерной обработки снимка (б) и гистограмма распределения субзерен по размерам (в) (данные по нескольким снимкам).

чительному уменьшению плотности дислокаций внутри зерен и, как следствие, к снижению $\sigma_{0,2}$.

Таблица 1. Сводные данные для величин $\sigma_{0,2}$, σ_{phys} , σ_f , ϵ_f при разных температурах для УМЗ Zr в двух состояниях и для КЗ Zr [10]

T, К	Zr, УМЗ состояние 1				Zr, УМЗ состояние 2				Zr, КЗ [10]
	$\sigma_{0,2}$, ГПа	σ_{phys} , ГПа	σ_f , ГПа	ϵ_f	$\sigma_{0,2}$, ГПа	σ_{phys} , ГПа	σ_f , ГПа	ϵ_f	$\sigma_{0,2}$, ГПа
300	0,48	0,60	0,69	0,19	0,46	0,52	0,61	0,11	0,07
170	0,51	0,69	1,27	0,22	0,50	0,59	1,73	0,34	
77	0,63	0,74	1,55	0,16	0,54	0,62	1,36	0,18	0,15
4,2	0,82	0,82	1,99	0,23	0,67	0,67	0,98	0,10	

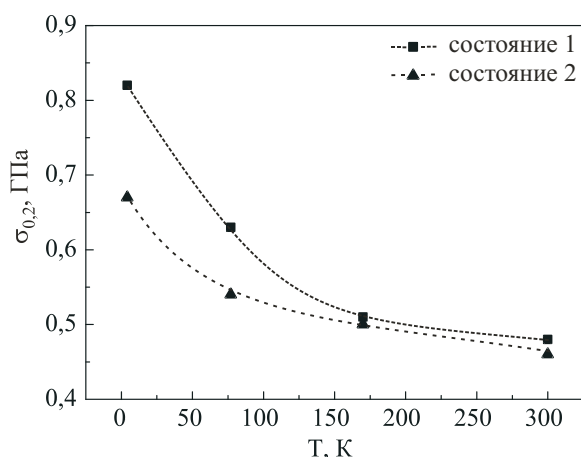


Рис. 4. Температурная зависимость предела текучести для разных структурных состояний УМЗ Zr.

3.3. Распределение макроскопической пластической деформации в образцах и потеря устойчивости цилиндрической формы при деформировании сжатием

Типичный вид образцов УМЗ Zr после деформирования одноосным сжатием при разных температурах испытания представлен на рис. 5, а–г. Опишем общие качественные закономерности распределения макроскопической пластической деформации в образцах, которые наблюдаются при всех температурах испытаний.

На рис. 5 видно, что образцы УМЗ Zr в процессе деформирования испытывают пластический изгиб, при котором ось искривленного образца, как правило, является плоской кривой. Это одно из проявлений известного в механике деформирования твердого тела эффекта потери устойчивости цилиндрической формы при сжатии упругопластического стержня [15]. В нашем случае на форму образцов после потери устойчивости существенное влияние оказывают два фактора, которые обычно не рассматриваются при математическом описании данного эффекта: возможность скольжения торцов образца по поверхности деформирующей ячейки; небольшое отношение длины к диаметру (примерно 2,4), плохо соответствующее приближению тонкого стержня. Силы трения на торцах образца в условиях наших испытаний, по-видимому, не достаточны для жесткой фиксации торцов образца в деформирующей ячейке. Отметим, что торцы образцов при смещении в процессе деформирования остаются плоскопараллельными, и при этом не имеют заметных следов макроскопической пластической деформации.

На рис. 5 видно, что пластическая деформация неоднородно распределена по объему образцов. Основная деформация практически сосредоточена в средней части образцов, а в областях вблизи торцов пластическая деформация существенно меньше и фор-

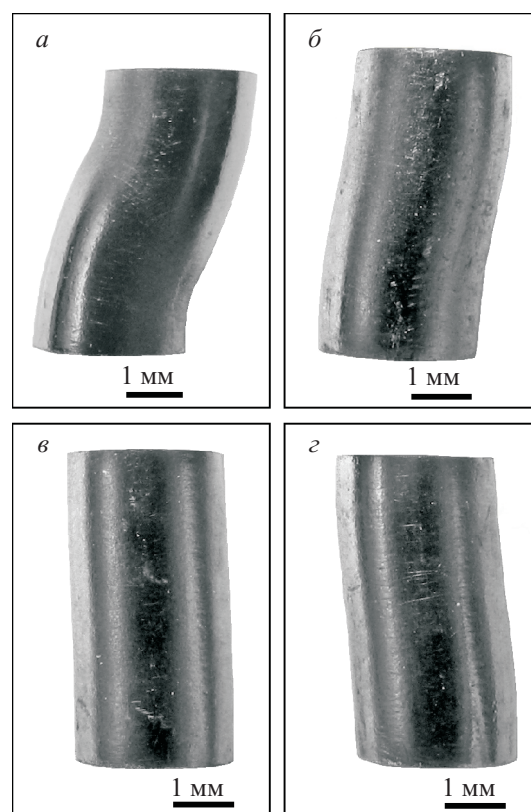


Рис. 5. Типичный вид образцов УМЗ Zr после деформации одноосным сжатием при разных температурах испытания (структурное состояние 1): $T = 300$ К, $\varepsilon = 0,194$ (а); $T = 170$ К, $\varepsilon = 0,19$ (б); $T = 77$ К, $\varepsilon = 0,16$ (в); $T = 4,2$ К, $\varepsilon = 0,183$ (г).

ма поверхности образцов близка к цилиндрической. Схематически картину распределения макроскопической пластической деформации на основании рис. 5 можно представить следующим образом. Область развитой пластической деформации в образце можно условно ограничить двумя параллельными плоскостями, которые наклонены по отношению к оси образца на некоторый угол $\geq 20^\circ$ – 30° . Внутри этой области распределение пластической деформации формально соответствует деформации сдвига по одной системе параллельных плоскостей, причем, как можно видеть, сдвиговая деформация в первом приближении достаточно однородна. Границы области развитой пластической деформации, естественно, размыты, однако отметим, что условные граничные плоскости этой области не пересекают торцевые поверхности образцов, а в некоторых случаях отстоят от них на заметном расстоянии (см. рис. 5, а, б).

Подчеркнем, что макроскопическая картина распределения пластической деформации только внешне сопоставима с деформацией сдвига по одной системе плоскостей. В реальном случае в УМЗ Zr, очевидно, имеет место эстафетная передача деформации от зерна к зерну вдоль всего поперечного сечения образца

вследствие самосогласованного совместного действия всей совокупности систем дислокационного скольжения и двойникования внутри зерен, а также зернограничных механизмов. Отметим также, что с ростом ϵ должно усиливаться влияние на протекание пластической деформации сложного неоднородного напряженного состояния, которое возникает вследствие отклонения формы образца от цилиндрической. Однако описанная выше аналогия может быть использована для анализа и интерпретации экспериментальных данных в рамках феноменологических моделей, в частности, обосновывает использование формулы (1) для вычисления активационного объема процесса пластической деформации и рассмотрение закономерностей деформационного упрочнения вдоль кривой $\sigma(\epsilon)$.

3.4. Особенности деформационного упрочнения УМЗ циркония

Типичные деформационные кривые, полученные при сжатии образцов УМЗ циркония при различных температурах, показаны на рис. 6. Обращают на себя

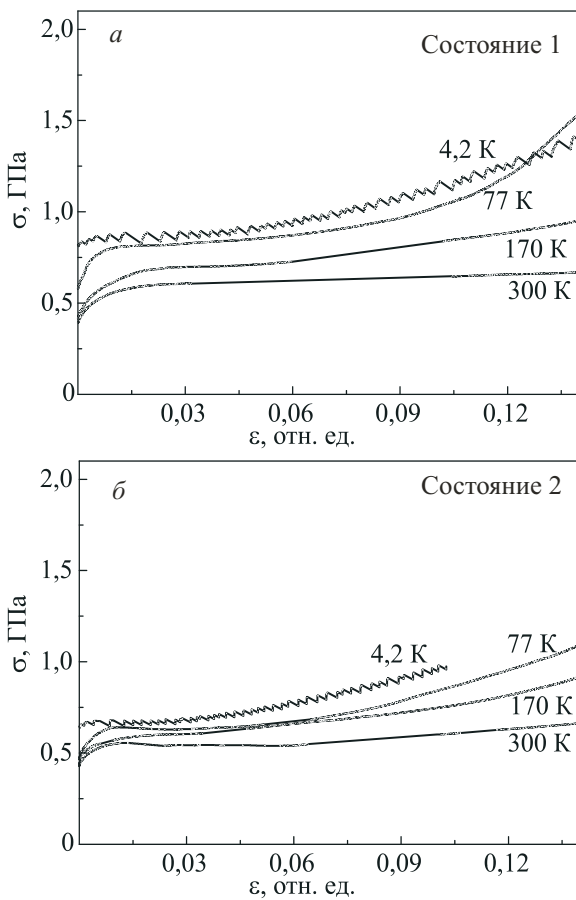


Рис. 6. Типичный вид деформационных кривых при одноосном сжатии УМЗ Zr для разных температур испытания: структурное состояние 1(а); структурное состояние 2(б).

внимание две качественные особенности процесса пластической деформации УМЗ циркония:

- стадийный характер деформационных кривых при $\sigma > \sigma_{0,2}$;

- переход от плавного пластического течения в области умеренно низких температур к прерывистому (скачкообразному) при температуре жидкого гелия.

Остановимся на описании этих особенностей более детально.

Убедительной иллюстрацией стадийности деформационных кривых служат зависимости коэффициента деформационного упрочнения от деформации $\Theta(\epsilon) = d\sigma/d\epsilon$, представленные для состояния 1 на рис. 7. Видно, что на начальной стадии деформации (до 0,02–0,04) коэффициент деформационного упрочнения $\Theta(\epsilon)$ при всех температурах быстро уменьшается. Затем с ростом ϵ при температуре 300 К величина $\Theta(\epsilon)$ практически не меняется, а при более низких температурах возрастает с увеличением деформации. Описанные особенности деформационных кривых в основном сохраняются и для состояния 2. Таким образом, можно утверждать, что деформационные кривые УМЗ циркония в условиях умеренного и глубокого охлаждения имеют ярко выраженный двухстадийный характер: на интервале деформаций $0,002 < \epsilon < 0,02-0,04$ реализуется стадия I, а при $\epsilon > 0,04$ — стадия II. К этому утверждению следует сделать два уточнения: 1) при температуре 4,2 К величина коэффициента деформационного упрочнения имеет несколько условный характер, так как для вычисления $d\sigma/d\epsilon$ деформационная кривая была аппроксимирована огибающей по вершинам скачков нагрузки; 2) значение граничной деформации, разделяющей стадии I и II, заметно, но нерегулярно зависит от температуры, изменяясь в пределах 0,02–0,04.

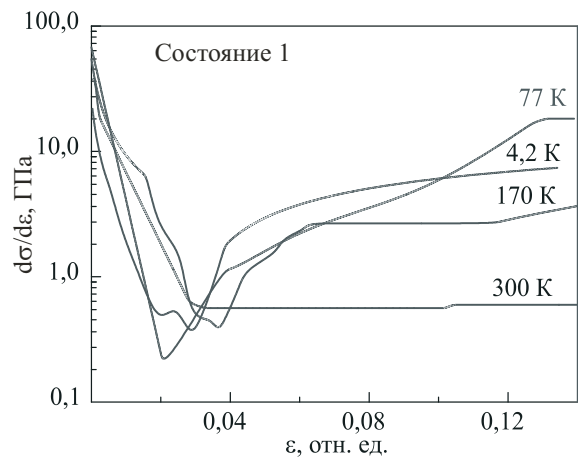


Рис. 7. Деформационная зависимость коэффициента деформационного упрочнения $d\sigma/d\epsilon$ при разных температурах испытания для УМЗ Zr.

Сложный характер деформационной зависимости величины $\Theta(\varepsilon)$, наблюдаемый в УМЗ Zr, типичен также и для крупнозернистых поликристаллов Zr, деформированных сжатием при 300 и 77 К [10], для которого, как упоминалось выше, направление оси сжатия и текстурное состояние были аналогичны нашим образцам. Для поликристаллического Zr найдена [10] корреляция между деформационной зависимостью величины $\Theta(\varepsilon)$ и действующими модами деформации. Установлено, что на ранних стадиях деформации ($\varepsilon < 0,02$) быстрое уменьшение величины $\Theta(\varepsilon)$ обусловлено доминирующим процессом зарождения и движения призматических дислокаций в системе $\{10\bar{1}0\} < 11\bar{2}0 >$. Рост величины $\Theta(\varepsilon)$, наблюдаемый при 300 К вдоль деформационной кривой с ростом ε , обусловлен распространением двойников в системе $\{10\bar{1}2\} < 10\bar{1}\bar{1} >$ и протеканием призматического скольжения (по системе $\{10\bar{1}0\} < 11\bar{2}0 >$) как внутри двойников, так и в остальном объеме зерен.

Эти процессы взаимосвязаны и сопровождаются торможением скользящих дислокаций на границах двойников, а также быстрым увеличением доли сдвойникового объема. Дальнейшее уменьшение скорости возрастания величины $\Theta(\varepsilon)$ с ростом ε обусловлено тем, что на этой стадии деформации процесс двойникования стремится к насыщению, а преимущественным становится процесс скольжения, происходящий как в местах, свободных от двойников, так и внутри сдвойникового объема.

Подобная корреляция между деформационной зависимостью величины $\Theta(\varepsilon)$ и действующими модами деформации, по-видимому, имеет место и в УМЗ Zr.

Соотношение деформации скольжением и двойникованием при знакопеременном нагружении крупнозернистого циркония в области температур 4,2–373 К было изучено в работе [16]. Показано, что при температуре 300 К деформация двойникованием незначительна (наблюдались отдельные двойниковые прослойки). При 77 К наблюдались двойники различных кристаллографических систем, скольжение выражено значительно слабее, чем при комнатной температуре. При 4,2 К качественного изменения по сравнению с 77 К не выявлено, однако плотность двойниковых прослоек увеличивается и они становятся тоньше.

В УМЗ цирконии протекание процессов скольжения и двойникования и их взаимодействие должно усложняться ввиду значительно меньшего размера зерен и увеличению роли границ зерен.

При температуре 4,2 К на кривой $\sigma(\varepsilon)$ наблюдается скачкообразный характер деформации, начинающийся практически после условного предела текучести $\sigma_{0,2}$ и продолжающийся на всех последующих стадиях деформации. Прерывистое пластическое течение УМЗ поликристалла может свидетельствовать о локали-

зованном характере пластической деформации и быстрой эстафетной передаче деформации от зерна к зерну на достаточно большие расстояния. При этом деформация может осуществляться как дислокационным скольжением, так и двойникованием. По-видимому, именно этот механизм реализуется в УМЗ Zr при 4,2 К.

Отметим еще две особенности механических свойств УМЗ циркония, отраженные в табл. 1:

— величина ε_f после ИПД остается достаточно большой во всем исследованном температурном интервале;

— понижение температуры приводит не только к росту величины $\sigma_{0,2}$ (рис. 6), но и к увеличению напряжения σ_f для обоих структурных состояний (табл. 1).

3.5. Активационный объем для процесса пластического течения УМЗ циркония

Типичные кривые релаксации деформирующего напряжения при температурах 300, 170 и 77 К показаны на рис. 8. На рис. 9 приведены зависимости активационного объема $V(\varepsilon)$ процесса деформации, полученные из анализа этих кривых согласно формуле (1). Видно, что зависимости $V(\varepsilon)$ нелинейны, величина V и производные $dV/d\varepsilon$ монотонно уменьшаются при увеличении ε .

Значения активационного объема, полученные вблизи предела текучести, типичны для процессов термоактивированного движения дислокаций через систему локальных препятствий. Простейшей модели такого движения соответствует величина $V = bdL$, где b — вектор Бюргерса, d — активационное расстояние, L — средняя длина дислокационного сегмента между термопреодолимыми препятствиями. Считая, что термопреодолимыми препятствиями для движения дислокаций на пределе текучести являются примесные атомы, примем, что $L = \beta b / \sqrt{C}$ [17], где C — атомная

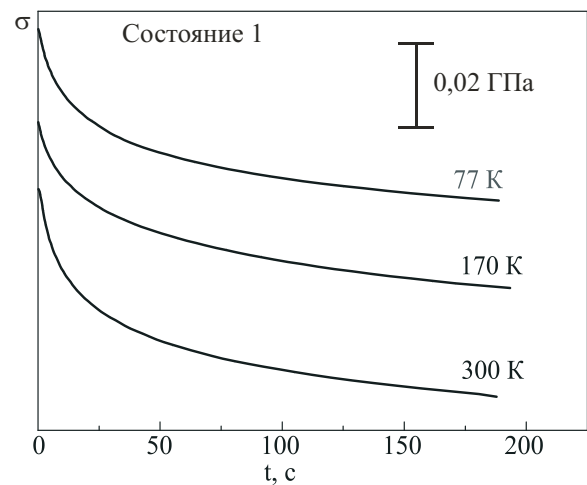


Рис. 8. Типичные кривые релаксации деформирующего напряжения при 300, 170 и 77 К.

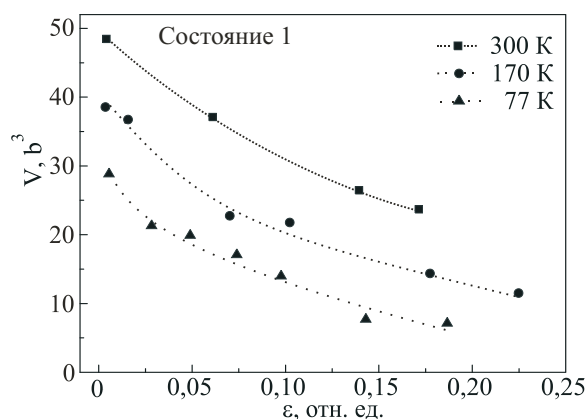


Рис. 9. Зависимость активационного объема от деформации.

концентрация примесей, β — безразмерный коэффициент. В нашем случае основными препятствиями являются, очевидно, атомы кислорода с концентрацией $C = 0,4$ ат. %. Приняв $d \approx b$ и $\beta \approx 3$, получаем оценку: $V = \beta b^3 / \sqrt{C} \approx 48 b^3$, что близко к экспериментально полученному значению $V \approx 50 b^3$ при 300 К. Приведенная оценка V также согласуется с экспериментальными значениями, полученными при 170 и 77 К.

Эти оценки показывают, что ИПД не приводит к появлению внутри зерен поликристалла достаточно большой плотности дополнительных препятствий для дислокаций, способных конкурировать с примесями кислорода указанной концентрации. При более строгом анализе активационного объема необходимо учитывать его зависимость от эффективного напряжения $\tau^* = \tau - \tau_i$, которая формально сводится к зависимости $d = d(\tau^*)$: с возрастанием τ^* параметр $d(\tau^*)$ монотонно уменьшается [17]. Наличие такой зависимости качественно объясняет уменьшение V с понижением температуры. Она же может быть причиной уменьшения V с ростом деформации, если предположить, что τ^* увеличивается вдоль деформационной кривой. Однако справедливость этого предположения требует подтверждения путем более детального экспериментального исследования закономерностей изменения активационного объема УМЗ циркония при низкотемпературной деформации.

4. Заключение

Основной результат действия интенсивной пластической деформации на поликристаллический цирконий сводится к достаточно существенному дроблению зерен исходного крупнозернистого поликристалла и превращению его в ультрамелкозернистый поликристалл.

Изучение закономерностей пластической деформации УМЗ Zr в условиях умеренного и глубокого охлаждения показало, что основные механизмы пластичности, определяющие предел текучести и дефор-

мационное упрочнение этого материала, качественно те же, что и для крупнозернистого Zr: параллельное протекание и взаимное влияние процессов внутриверного дислокационного скольжения и двойникования.

Главным следствием дробления зерен является значительный рост предела текучести материала во всей области низких температур, что качественно соответствует закону Холла–Петча. Вместе с тем отмечены более тонкие проявления влияния внутриверной структуры и границ зерен на процессы низкотемпературной дислокационной пластичности УМЗ Zr. Выяснение механизмов такого влияния остается актуальной задачей, для решения которой нужны дополнительные структурные и модельные исследования.

УМЗ цирконий, полученный методом ИПД, имеет при низких температурах высокий предел текучести и сохраняет при этом достаточно большой ресурс пластичности, что позволяет отнести его к перспективным конструкционным материалам криогенной техники.

Исследование частично финансировалось по проекту № 1/07-НАНО комплексной программы фундаментальных исследований НАНУ «Наносистемы, наноматериалы и нанотехнологии» и по проекту № 4135 Украинского научно-технологического центра (STCU).

Авторы выражают благодарность С.В. Лубенцу за полезные советы при написании статьи.

1. Р.З. Валиев, И.В. Александров, *Объемные наноструктурные металлические материалы*, Академкнига, Москва (2007).
2. E. Tabachnikova and V. Bengus, *Intern. J. Mater. Res.* **98**, 339 (2007).
3. В.З. Бенгус, Е.Д. Табачникова, В.Д. Нацик, Й. Мишкуч, К. Чах, В.В. Столяров, Р.З. Валиев, *ФНТ* **28**, 1211 (2002).
4. В.В. Рыбин, *Большие пластические деформации и разрушение металлов*, Металлургия, Москва (1986).
5. B. Kad, J. Gebert, M. Perez-Prado, M. Kassner, and M. Meyers, *Acta Mater.* **54**, 4111 (2006).
6. X. Zhang, M. Shi, C. Li, N. Liu, and Y. Wei, *Mater. Science Eng.* **A448**, 259 (2007).
7. S. Yu, Y. Chun, S. Hwang, and D. Shin, *Philos. Mag.* **85**, 345 (2005).
8. E. Tenkhoff, *J. ASTM Intern.* **2**, 25 (2006).
9. G. Proust, C. Tome, and G. Kaschner, *Acta Mater.* **55**, 2137 (2007).
10. G. Kaschner, C. Tome, I. Beyerlein, S. Vogel, D. Brown, and R. McCabe, *Acta Mater.* **54**, 2887 (2006).
11. I. Beyerlein and C. Tome, *Intern. J. Plasticity* **24**, 867 (2007).
12. P. Lukac and P. Malek, *Czechoslovak J. Phys.* **B31**, 163 (1981).
13. T. Ungar, O. Castelnau, G. Ribarik, M. Drakopoulos, J. L. Bechade, T. Chauveau, A. Snigirev, I. Snigireva, C. Schroer, and B. Bacroix, *Acta Mater.* **55**, 1117 (2007).
14. A. Evans and R. Rawlings, *Phys. Status Solidi* **34**, 9 (1969).

15. Ю.Н. Работнов, *Механика деформируемого твердого тела*, Наука, Москва (1979).
16. И.А. Гиндин, В.И. Соколенко, Я.Д. Стародубов, П.Н. Вьюгов, *ФММ* **53**, 381 (1982).
17. V. Kovaleva, A. Moskalenko, and V. Natsik, *Philos. Mag.* **A70**, 423 (1994).

Mechanical properties of ultrafine-grained zirconium in temperature range 4.2–300 K

E.D. Tabachnikova, A.V. Podolskiy, V.Z. Bengus, S.N. Smirnov, V.D. Natsik, V.M. Azhazha, M.A. Tikhonovsky, A.N. Velikodny, N.F. Andrievskaja, G.E. Storozhilov, and T.M. Tikhonovskaya

Mechanical properties of ultrafine-grained (UFG) zirconium (grain size 0.4 μm), produced by intensive plastic deformation (IPD) (a combination of extrusion, annealing, and drawing) are studied on cylindrical specimens within the temperature range 300–4.2 K at uniaxial compression. The mechanical characteristics of UFG zirconium of two structural states

were measured. Comparison between these characteristics and those of coarse-grained polycrystals of the material was made (state 1 – specimens after IPD, state 2 – specimens after IPD and annealing). It is found that a decrease of grain sizes due to IPD leads to a considerable increase of yield stress of the polycrystals (by a factor of six at 300 K and by a factor of four at 77 K), the plasticity being kept rather large (strain > 0.15). Two stages of strain-hardening and a decrease of activation volume for plastic flow with deformation were registered. A conclusion is drawn about the identity of the basic deformation mechanisms in ultrafine-grained and coarse-grained zirconium: simultaneous action and mutual influence of intragrain dislocation gliding and twinning.

PACS: **62.25.-g** Mechanical properties of nano-scale systems;
61.72.Mm Grain and twin boundaries;
62.20.F- Deformation and plasticity.

Keywords: zirconium, ultrafine-grained metals, plasticity, strain-hardening.