

## Низкотемпературная пластическая деформация и деформационное упрочнение нанокристаллического титана

В.А. Москаленко, А.Р. Смирнов, Р.В. Смолянец

*Физико-технический институт низких температур им. Б.И. Веркина НАН Украины  
пр. Ленина, 47, г. Харьков, 61103, Украина*

E-mail: moskalenko@ilt.kharkov.ua

Статья поступила в редакцию 24 марта 2014 г., опубликована онлайн 21 июля 2014 г.

Закономерности пластической деформации нанокристаллического (НК) титана технической чистоты VT1-0 изучены в экспериментах по квазистатическому растяжению при изменении среднего размера зерен  $d$  от 35 нм до 2 мкм в интервале температур  $4,2 \text{ K} < T < 395 \text{ K}$ . Широкий интервал вариации размеров и распределения зерен по размерам стал возможен благодаря использованию метода криомеханической фрагментации зеренной структуры, сочетающего прокатку при температуре жидкого азота и последующие отжиги. При температурах  $T \lesssim 30 \text{ K}$  плавные деформационные кривые становятся волнистыми, а при дальнейшем понижении температуры до  $T_{\text{jump}} \approx 22 \text{ K}$  — скачкообразными. Найдена корреляция между относительной амплитудой скачка напряжения  $\Delta\sigma/\sigma$  и скоростью деформационного упрочнения  $\theta = (\partial\sigma/\partial e)_e$ . Обнаружено существенное повышение пластичности, особенно заметное при температурах  $T \lesssim 140 \text{ K}$ , при наличии в НК титане небольшой доли ( $\approx 15\%$ ) зерен субмикронного размера. Результат объясняется сочетанием динамического роста зерен под действием растягивающих напряжений и активизирующимся в зернах субмикронного размера нанодвойникованием, которому благоприятствует аномальный рост зерен, индуцированный деформацией при криогенных температурах. В зернах нанометрового размера ( $d \lesssim 50 \text{ nm}$ ) двойники не наблюдались.

Закономірності пластичної деформації нанокристалічного (НК) титану технічної чистоти VT1-0 вивчено в експериментах із квазістатичного розтягу при зміні середнього розміру зерна  $d$  від 35 нм до 2 мкм в інтервалі температур  $4,2 \text{ K} < T < 395 \text{ K}$ . Широкий інтервал розмірів зерен та розподілу зерен за розмірами став можливим завдяки використанню метода криомеханічної фрагментації зеренної структури, який поєднує прокатку при температурі рідкого азоту і подальші відпали. При температурах  $T \lesssim 30 \text{ K}$  плавні деформаційні криві стають хвилястими, а при подальшому зниженні температури до  $T_{\text{jump}} \approx 22 \text{ K}$  — стрибкоподібними. Знайдено кореляцію між відносною амплітудою стрибка напруження  $\Delta\sigma/\sigma$  і швидкістю деформаційного зміцнення  $\theta = (\partial\sigma/\partial e)_e$ . Виявлено істотне підвищення пластичності, особливо значне при температурах  $T \lesssim 140 \text{ K}$ , при наявності в НК титані частки ( $\approx 15\%$ ) зерен субмікронного розміру. Ефект пов'язується з поєднанням процесів динамічного росту зерен під впливом напружень розтягу і активізованим в зернах субмікронного розміру нанодвійниковання, якому сприяє аномальний ріст зерен, що індуковано деформацією при криогенних температурах. В зернах нанометрового розміру ( $d \lesssim 50 \text{ nm}$ ) двійники не спостерігались.

PACS: **81.07.–b** Наноматериалы и структуры: синтез и определение характеристик;  
62.20. F Деформация и пластичность;  
**81.40.–z** Обработка материалов и ее влияние на микроструктуру, наноструктура и свойства.  
81.40.Ef Холодная обработка, деформационное упрочнение, последеформационный отжиг.

Ключевые слова: нанокристаллический титан VT1-0, механические свойства, деформационное упрочнение, низкие температуры, двойникование, электронная микроскопия.

## 1. Введение

Нанокристаллические (НК) материалы, состоящие из совокупности зерен с размером  $d < 100$  нм, обнаруживают широкий спектр новых и улучшенных физико-механических свойств по сравнению с крупнозернистыми аналогами [1–4]. Значительное уменьшение длины свободного пробега дислокаций оказывает определяющее влияние на развитие процесса пластической деформации и механические свойства металлических материалов данного класса. НК материалам присуще многократное повышение условного предела текучести  $\sigma_{0,2}$  и предела прочности  $\sigma_s$ , увеличение скоростной чувствительности напряжения течения  $\beta = (\Delta\sigma/\ln \Delta\dot{\epsilon})_T$  при постоянной температуре  $T$  и заметное уменьшение скорости деформационного упрочнения  $\theta = (\partial\sigma/\partial\epsilon)_{\dot{\epsilon}}$  при постоянной скорости деформации  $\dot{\epsilon}$ . Также усиливается склонность к локализации пластической деформации и, соответственно, уменьшению резерва пластичности. Физические механизмы, ответственные за отмеченные особенности пластической деформации, активно изучаются, однако к настоящему времени остаются невыясненными и дискуссионными. Наименее изученными в этом отношении являются металлы с ГПУ кристаллической решеткой, к которым относятся такие важные в прикладном отношении металлы как титан, цирконий и другие.

Одна из трудностей при изучении данной проблемы связана с отсутствием до последнего времени эффективных технологий получения объемных образцов НК материалов с размером зерна  $d < 100$  нм. Известные методы получения объемных наноструктурных (НС) металлических материалов базируются на применении интенсивных пластических деформаций (ИПД) [5,6]. Наиболее распространенным из них является равноканальное угловое прессование (РКУП) [7]. Однако средний размер зерен, получаемых РКУП в титане, отвечает только субмикронному уровню  $1 \text{ мкм} > d \geq 200$  нм. В то же время наиболее существенные изменения свойств наноматериалов по сравнению с их крупнозернистыми (КЗ) аналогами наблюдаются при уменьшении размера зерен до значений  $d < 100$  нм, т.е. при подходе к НК состоянию. Недавно [8], применив метод криомеханической фрагментации зерен (КМФЗ), основой которого является склонность титана к двойникованию при низких температурах [9], авторы настоящей статьи впервые получили объемный титан со средним размером зерна  $d = 35$  нм. При этом было показано [8], что, сочетая операции криодеформации и отжига, можно получить материал с регулируемым средним размером зерен от этого значения до субмикронных и микронных значений. Можно также сформировать состояние с наноструктурой, когда в матрице с зернами в несколько десятков нанометров находится некоторая доля более крупных зерен субмикронных

размеров. Аналогичный метод для измельчения зерна в титане технической чистоты с использованием многократной прокатки при температуре 77 К был впоследствии использован в работе [10], где в результате криодеформации  $e_{th} = 2,66$  была сформирована микроструктура с размером зерен/субзерен  $\sim 80$  нм.

Отметим, что при изучении механизмов пластической деформации НК материалов важно исключить влияние на их механические свойства различных факторов, искажающих результаты исследований. Основные из них: поры, трещины, большие и сильно неоднородные внутренние напряжения. Для проведения механических испытаний необходимо также иметь образцы достаточно больших размеров. Как показали предыдущие исследования [8,11], эти требования могут быть выполнены при использовании метода КМФЗ. Таким образом, появляется возможность проводить изучение влияния размеров зерен как основного структурного параметра НС материалов, определяющего закономерности их пластической деформации и разрушения, в широком интервале значений. Это открывает новые возможности для всестороннего исследования механизмов пластической деформации металлов в ультрамелкозернистом (УМЗ) и НК состояниях.

Ранее низкотемпературные механические свойства УМЗ титана технической чистоты ВТ1-0 и более высокой чистоты со средним размером зерен более 100 нм, полученного методом РКУП и кручением под высоким давлением, были изучены в режиме одноосного сжатия при температурах 4,2–300 К [12–14]. Эти исследования не выявили изменений в характере температурной зависимости предела текучести УМЗ титана и подтвердили термически активированную природу его пластичности при низких температурах. Кроме того, было показано, что зависимость предела текучести от размера зерна при разных температурах удовлетворительно описывается соотношением Холла–Петча. Было сделано заключение о преимущественном вкладе внутриверного скольжения в деформацию на пределе текучести [12]. Наблюдаемое в работе [13] увеличение предела микротекучести УМЗ состояния рассматривается как результат роста атермической составляющей внутренних напряжений, создаваемых границами зерен.

Использование достаточно широких интервалов в размерах зерен  $d$  и температур является важным условием для получения однозначных выводов о механизмах пластической деформации наноструктурных материалов. Однако важно также обеспечить структурную стабильность изучаемых образцов. Эти требования удовлетворяются при изучении низкотемпературной пластичности НС материалов, когда вероятность процессов динамического возврата минимальна.

Закономерности пластической деформации объемного НК титана, полученного с применением метода КМФЗ, ранее были нами изучены при комнатной тем-

пературе в работе [8]. На примере титана VT1-0 было показано, что уменьшение размера зерна в пределах  $5 \text{ мкм} > d > 35 \text{ нм}$  приводит к увеличению условного предела текучести  $\sigma_{0,2}$  в три раза. При этом зависимость  $\sigma_{0,2}(d)$  соответствует закону Холла–Петча. В настоящей работе мы исследовали особенности низкотемпературной пластической деформации титана VT1-0 при изменении среднего размера зерен от 35 нм до 2 мкм. Получены диаграммы деформирования «напряжение–деформация», на них выявлена стадийность деформационного упрочнения и предложено структурное обоснование последовательной смены стадий. При  $T \lesssim 22 \text{ К}$  зарегистрировано скачкообразное пластическое течение и установлена корреляция между амплитудой скачков напряжения и скоростью деформационного упрочнения  $\theta = (\partial\sigma/\partial e)_\epsilon$ . Для интервала температур  $4,2 \text{ К} < T < 395 \text{ К}$  установлены зависимости величины относительного удлинения до разрушения  $\delta_f$  от значения и характера распределений размеров зерен. Обсуждено также влияние двойникования на величину резерва пластичности НС титана. Нанодвойники наблюдались в зернах субмикронного размера, есть основания предполагать их отсутствие в зернах нанометрового диапазона ( $d \lesssim 70 \text{ нм}$ ). Полученные в настоящей работе результаты позволяют расширить представления о механических свойствах наноструктурных металлов с ГПУ кристаллической структурой и дают полезную информацию для физической интерпретации механизмов их пластической деформации.

## 2. Характеристика образцов и методика эксперимента

В качестве исходного материала использовали титан технической чистоты VT1-0 в виде промышленно изготовленных листов толщиной 4 мм с концентрацией основных примесей в атомных % (массовых %): Fe — 0,05 (0,06); O — 0,33 (0,11); N — 0,07 (0,02); C — 0,04 (0,01); H — 0,14 (0,003) и размером зерен  $d \approx 10 \text{ мкм}$ . Объемный НК титан со средним значением  $d = 35 \text{ нм}$  был получен методом криомеханической фрагментации зеренной структуры, используя многоразовую прокатку при температурах, близких к температуре жидкого азота [8]. Истинная величина криодеформации составляла  $e_{th} \approx 2$  (относительная деформация  $\epsilon \approx 86\%$ ) и определялась как  $e_{th} = \ln(t/t_0)$ , где  $t_0$  и  $t$  — начальная и конечная толщины прокатываемой пластины. Последующие операции криопротекции и отжига при соответствующих температурах образцов с наименьшим зерном  $d = 35 \text{ нм}$  позволили в дальнейшем варьировать средний размер зерна вплоть до микронных значений.

Микроструктуру, средние значения и распределение зерен или областей когерентного рассеяния (ОКР) по размерам в образцах изучали с использованием методов просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ)

и рентгеновской дифракции [8,15]. Отметим, что понятие «ОКР», возникшее в дифракционной физике, универсально, в отличие от кристаллографического понятия «зерно». Помимо собственно зерен ОКР включают в себя субзерна и, что особенно важно в нашем случае, двойники. Количественная оценка распределения ОКР по размерам и однородности их распределения по объему производилась путем анализа негативов темнопольных изображений структуры. Темнопольные ПЭМ изображения НК титана после криодеформации до  $e_{th} = 1,95$  (а) и последующего отжига при 723 К (б) приведены на рис. 1. Все полученные изображения ОКР разделялись по размерам с шагом порядка 0,1 нм и заносились в таблицы с учетом электронно-оптического увеличения. Статистика на одно структурное состояние титана набиралась по 3–5 негативам, в которые попадало до 1800 ОКР. На основе полученных таблиц строились гистограммы частотного распределения ОКР по размерам. Средний размер ОКР определялся как координата на оси абсцисс центра тяжести плоской фигуры. Гистограммы распределения зерен по размерам, полученные после проведенных механотермических обработок, приведены на рис. 2.

Таким образом, в результате криопротекции, а также последующих отжигов при температурах 523 и 723 К в течение 45 мин в вакууме  $3 \cdot 10^{-3} \text{ Па}$  были получены образцы титана в двух структурных состояни-

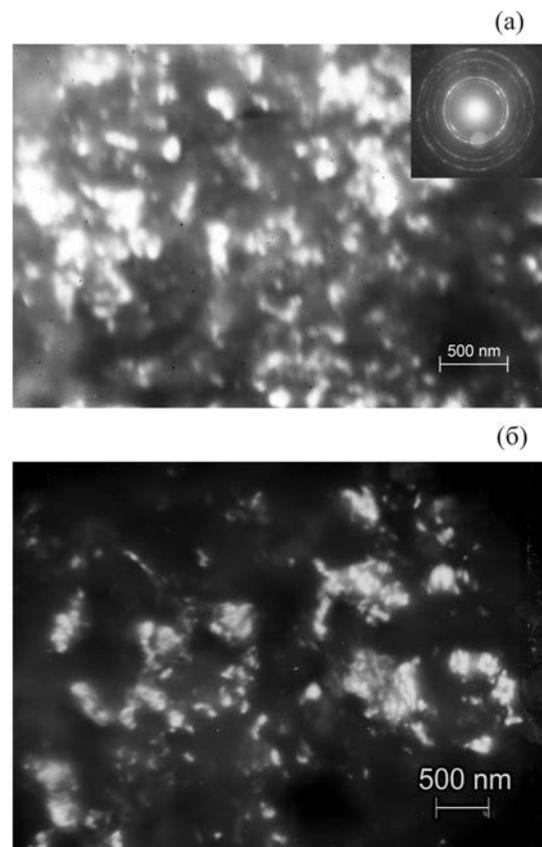


Рис. 1. Темнопольные ПЭМ изображения НК титана после криодеформации до  $e_{th} = 1,95$  (а) и последующего отжига при 723 К (б).

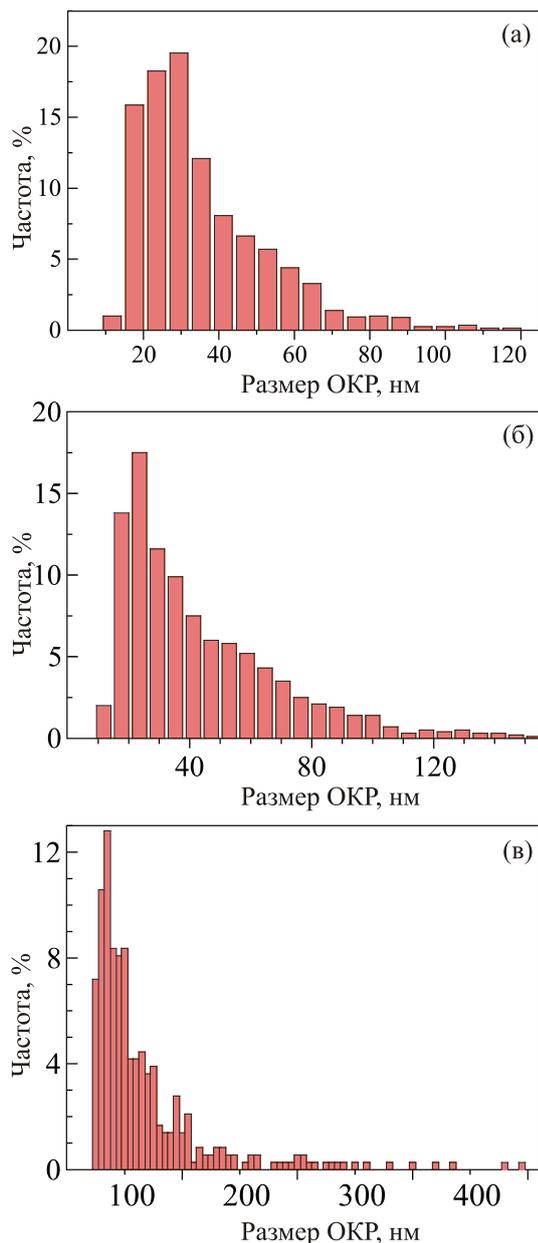


Рис. 2. Гистограммы распределения размеров ОКР (кристаллитов) в НС титане после криопротатки (а) и последующих отжигов при 523 К (б) и 723 К (в).

ях. Первому (мономодальному НК состоянию) соответствуют средние размеры зерен  $d = 35$  и  $40$  нм (рис. 1(а) и рис. 2 (а), (б)). Второе наноструктурное состояние со средним размером зерна  $d \sim 80$  нм (отжиг при  $T = 723$  К) можно описать как комбинацию нанокристаллической матрицы, состоящей из равноосных нанозерен с размерами в диапазоне  $d = 20$ – $100$  нм и небольшой доли ( $\sim 15\%$ ) хаотически распределенных более крупных зерен субмикронного размера  $d = 100$ – $400$  нм (рис. 1(б) и рис. 2(в)). Такое наноструктурное состояние в литературе часто называют бимодальным [2] в отличие от мономодального, когда размеры практически всех зерен отвечают только, на-

пример, нанокристаллическому интервалу  $d \lesssim 100$  нм. Используя отжиг при температуре 943 К, были также получены КЗ образцы с размером зерен  $d = 2$  мкм.

Образцы на растяжение в форме двойных лопаток с размерами рабочей части  $0,6 \times 5 \times 25$  мм изготавливали из полосы соответствующей толщины в направлении прокатки с использованием штампа. Механические свойства определялись в опытах по квазистатическому одноосному растяжению при номинальной скорости деформации  $\dot{\epsilon} \approx 2 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$  и фиксированных значениях температуры в интервале 4,2–393 К. В отдельных экспериментах скорость деформации уменьшалась в пять раз.

### 3. Экспериментальные результаты и обсуждение

#### 3.1. Диаграммы деформирования

На рис. 3 приведены деформационные кривые для титана технической чистоты ВТ1-0 со средним размером зерен  $d = 35$  нм,  $40$  нм,  $80$  нм и  $2$  мкм при температурах: 4,2, 22, 77 и 293 К в координатах «деформирующее напряжение–относительное удлинение». Представленные диаграммы растяжения дают общее представление о влиянии перехода от КЗ структурного состояния к нанокристаллическому на закономерности пластической деформации титана в широком интервале температур. При комнатных и умеренно низких температурах кривые растяжения НК образцов имеют плавный, типичный для поликристаллических материалов, параболический вид. При температурах ниже  $T \approx 30$ – $25$  К плавные деформационные кривые становятся волнистыми, а при дальнейшем понижении температуры до  $T_{\text{jump}} \approx 22$  К — пилообразными (рис. 3(в), (г)). Уменьшение размера зерна от  $d = 2$  мкм до  $35$ – $80$  нм практически не влияет на температурный порог  $T_{\text{jump}}$  начала скачкообразного пластического течения, наблюдается лишь некоторое уменьшение критической деформации начала неустойчивости  $\epsilon_{\text{jump}}$ . В области пороговых температур наблюдается чувствительность температуры  $T_{\text{jump}}$  к скорости деформации (рис. 3(в), (г), кривые 1, 2). Так, при изменении скорости деформации  $\dot{\epsilon}$  в сторону ее уменьшения в пять раз (от  $\dot{\epsilon} \approx 8,7 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$  до  $\dot{\epsilon} = 1,8 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ ) значение  $T_{\text{jump}}$  понижается от 22,5 К до 20 К. Таким образом, при таком уменьшении скорости деформации скачкообразный характер пластического течения, наблюдаемый в интервале температур  $T = 20$ – $22,5$  К, переходит в плавный. При этом появляется (хотя и очень малая) скоростная чувствительность деформирующего напряжения, которая отсутствовала в скачкообразном режиме пластического течения. В области развитого скачкообразного пластического течения скоростная зависимость деформирующего напряжения отсутствует (смотри рис. 3(г), кривая 2). Таким образом, можно считать, что температура  $T_{\text{jump}}$  соответствует переходу от термически активированного режима пластической деформации

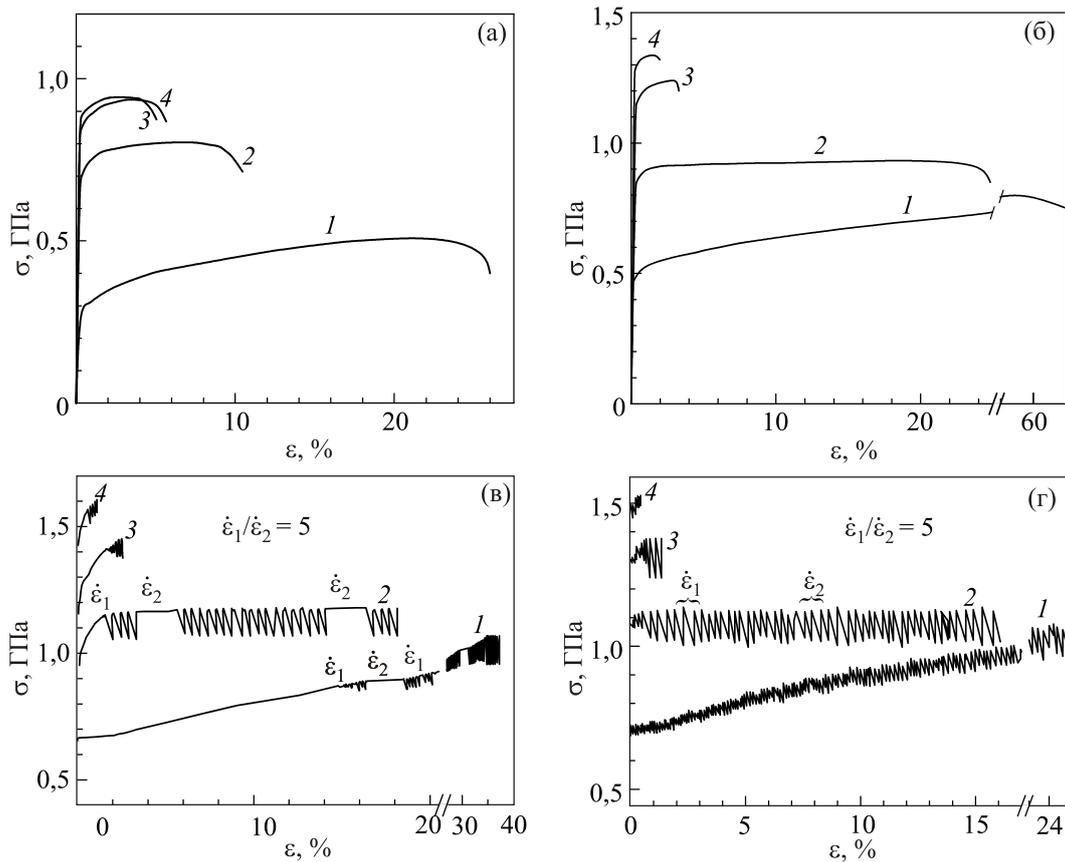


Рис. 3. Диаграммы растяжения в координатах «напряжение–деформация» при температурах  $T$ , К: 293 (а), 77 (б), 22,5 (в) и 4,2 К (г) для титана ВТ1-0 с размерами зерен  $d$ : 2 мкм (1), 80 нм (2), 40 нм (3) и 35 нм (4).

ции к квазидинамическому. Ранее [16,17] нами было показано, что такие низкотемпературные особенности пластической деформации титана как прерывистое течение и аномальная температурная зависимость предела текучести имеют общую природу, и она связана с проявлением инерционных свойств дислокаций при их движении через примесные барьеры.

В случае КЗ титана в режиме установившегося скачкообразного пластического течения при температурах  $T \lesssim 20$  К амплитуда скачка напряжения  $\Delta\sigma$  обычно [17,18] увеличивается с ростом деформации (рис. 3(в),(г), кривые 1). Нормированная на напряжение течения амплитуда скачка напряжения  $\Delta\sigma/\sigma$  в начале деформационной кривой составляет около 3% и постепенно увеличивается до 8–11% в конце (рис. 4). В образцах с НК состоянием характер скачкообразного пластического течения кардинально иной (рис. 3(в),(г), кривые 2, 3). В области предела текучести наблюдается очень небольшое число скачков с малой амплитудой ( $\Delta\sigma/\sigma = 1\text{--}2\%$ ). При достаточном резерве пластичности образца их относительная амплитуда резко увеличивается до значений  $\Delta\sigma/\sigma \approx 11\%$  и далее не изменяется вплоть до момента разрушения образца (рис. 4). Отметим, что такие значения  $\Delta\sigma/\sigma$  в НК титане совпадают со значениями, регистрируемыми в конце деформационной кривой КЗ титана. Постоянство амплитуды

скачка  $\Delta\sigma$  вдоль всей деформационной кривой наблюдалось нами ранее для двухфазного сплава Ti-6Al-4V [18]. В этих случаях скорость деформационного упрочнения  $\theta$  на рассматриваемом участке кривой растяжения является минимальной и практически постоянной до разрушения. Вероятно, это обусловлено тем, что зоны локализованной деформации, связанные с

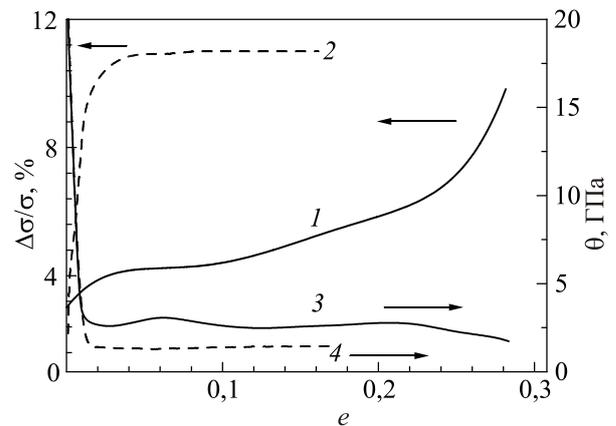


Рис. 4. Корреляционные кривые зависимости относительной амплитуды скачка напряжения  $\Delta\sigma/\sigma$  (1), (2) и скорости деформационного упрочнения  $\theta = (\partial\sigma/\partial e)_\dot{\epsilon}$  (3), (4) от деформации  $e$  при 4,2 К. 1, 3 — КЗ ( $d = 2$  мкм) и 2, 4 — НК ( $d = 80$  нм) титан ВТ1-0.

уменьшением площади поперечного сечения образца и отвечающие очередному сбросу нагрузки, каждый раз возникают в недеформированной части образца с исходным структурным состоянием. Просматривается аналогия с синглетным скольжением в монокристаллах, когда на стадии I легкого скольжения полосы скольжения, возникая в новом месте кристалла, постепенно заполняют всю рабочую часть образца, обеспечивая минимальную скорость деформационного упрочнения [19]. Таким образом, амплитуда низкотемпературного скачкообразного пластического течения вдоль кривой растяжения как КЗ, так и НК титана определяется величиной скорости деформационного упрочнения  $\theta = (\partial\sigma/\partial e)_\dot{\epsilon}$ .

### 3.2. Деформационное упрочнение

Деформационное упрочнение определяется формирующейся дислокационной структурой в деформируемом образце, которая тесно связана с его исходной микроструктурой. Для определения значений скорости деформационного упрочнения  $\theta = (\partial\sigma/\partial e)_\dot{\epsilon}$  инженерные диаграммы растяжения (рис. 3) предварительно перестраивались в координатах «истинное напряжение–истинная деформация»  $\sigma(e)$ , что учитывало изменение в процессе деформации полной длины и поперечного сечения образцов. На рис. 5 приведены зависимости скорости деформационного упрочнения  $\theta$  для титана со средними значениями  $d = 40$  нм, 80 нм и 2 мкм и различным характером распределения зерен по размерам при температурах 293, 77 и 4,2 К. На начальной стадии при деформациях  $e < 0,005$ , меньших физического предела текучести (т.е. моменту, когда скорость пластической деформации образца становится близкой к задаваемой), величина  $\theta$  для НК титана оказывается выше значения  $\theta$  для КЗ титана. Аналогичное поведение демонстрировали кривые «напряжение–микропластическая деформация», полученные на основании акустических измерений в амплитудно-зависимой области [11]. В дальнейшем, как видно на рис. 5, величина  $\theta$  для НК титана убывает более быстро, чем для КЗ титана. Механизмы, ответственные за начальный ход деформационного упрочнения в наноструктурных металлах, в настоящее время окончательно не установлены. Сильный рост прочностных характеристик наноматериалов обусловлен уменьшением размера зерен до субмикронного/нанометрового диапазона в соответствии с соотношением Холла–Петча. С другой стороны, скорость деформационного упрочнения  $\theta$  будет определяться внутризеренной (внутрикристаллитной) субструктурой. Элементами таких субструктур, кроме неупорядоченных дислокаций с некоторой плотностью, являются также дислокационные ячейки и субзерна, формирующиеся на разных этапах эволюции дислокационной субструктуры. Как отмечено в работах [5,7] из-за малых углов разориентаций эти структурные элементы не могут рассматриваться как наноструктур-

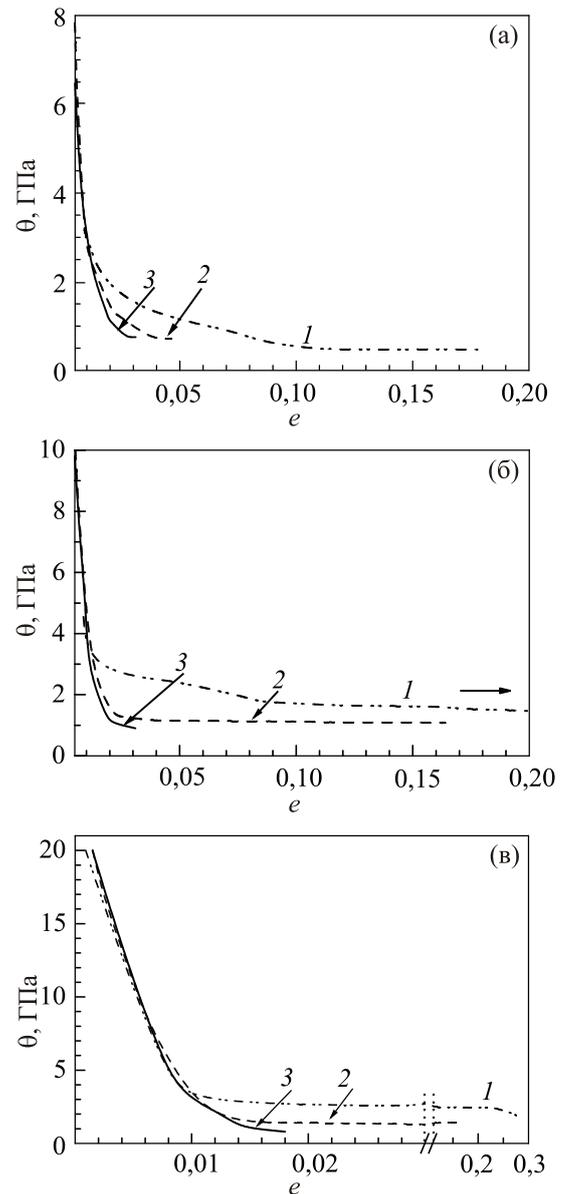


Рис. 5. Зависимости скорости деформационного упрочнения  $\theta = (\partial\sigma/\partial e)_\dot{\epsilon}$  от истинной пластической деформации  $e$  титана с различным размером зерен  $d$ : 2 мкм (1), 80 нм (2) и 40 нм (3) при температурах 293 К (а), 77 К (б) и 4,2 К (в).

ные. Одним из характерных признаков НК и УМЗ материалов является наличие высокоугловых границ. Этим определяется линия раздела между НС материалами и обычными кристаллическими материалами с субзеренными структурами, полученными холодной прокаткой или другими методами обработки металлов давлением. Вероятно, зерна в нанокристаллическом металле не способны к накоплению дислокаций и поддержанию достаточного уровня скорости деформационного упрочнения  $\theta$  (подробнее смотри в работе [20]).

Другой причиной низкого значения  $\theta$  может быть смена механизма деформационного упрочнения. Выявить стадийность в упрочнении, обусловленную сменой структурных состояний, и проанализировать воз-

возможные механизмы упрочнения позволяют специальные аналитические обработки деформационных кривых [21]. Ранее, применив одну из них (метод Крусса–Жауля [22,23]), нами было установлено [24], что кривые упрочнения КЗ титана состоят из двух (при низких температурах) или трех (при более высоких температурах) стадий. Каждый из этих участков кривой может быть аппроксимирован уравнением Льювика:

$$\sigma = \sigma_0 + h e^n \quad (1)$$

с постоянными в пределах стадий реологическими параметрами  $h$  (коэффициент деформационного упрочнения) и  $n$  (показатель деформационного упрочнения). Уравнение (1) является эмпирическим, и входящие в него параметры  $h$  и  $n$  не всегда имеют простой физический смысл. Однако в тех случаях, когда стадийность упрочнения оказывается выраженной достаточно четко, переходы от одной стадии к другой сопровождаются резкими скачками величин и даже переменной знаков этих параметров; особую роль как индикатор стадийности играет показатель деформационного упрочнения  $n$ .

Ограниченный резерв пластичности не позволил применить указанный выше метод обработки деформационных кривых ко всем НК образцам. Лишь некоторые из зарегистрированных в работе деформационных кривых НК титана могли быть проанализированы с использованием метода Крусса–Жауля с целью выявления их стадийности. В частности, эта процедура была проведена с кривыми растяжения НК титана ( $d = 40$  нм), зарегистрированными при 293 и 393 К. Численно продифференцированные и перестроенные в двойных логарифмических координатах  $\lg(\partial\sigma/\partial e) - \lg e$ , плавные кривые упрочнения преобразуются в ломаные линии (рис. 6), состоящие из двух прямолинейных отрезков с различными значениями угла наклона. Для сравнения на рис. 6 приведены также данные работы [24] для КЗ титана.

Рисунок 6 иллюстрирует в явном виде стадийность деформационного упрочнения как КЗ, так и НК титана. Кривые упрочнения ( $\sigma - e$ ) НК титана в отличие от КЗ титана состоят из двух стадий, каждая из которых описывается уравнением Льювика (1) или соответствующим ему уравнением

$$\lg(\partial\sigma/\partial e)_v = \lg(h_v n_v) + (n_v - 1) \lg e, \quad (2)$$

где индекс  $v = 1, 2$  и т. д. обозначает номер отдельной стадии. Используя данные рис. 3 и 6 и уравнение (2), были найдены значения реологических параметров  $h_v$  и  $n_v$  для каждой отдельной стадии, а также критических деформаций  $e_v$  и напряжений  $\sigma_v$ , выше которых структурное состояние, присущее стадии ( $v - 1$ ), становится неустойчивым и происходит его перестройка. Значения деформации  $e_v$  соответствуют изломам кривых на рис. 6

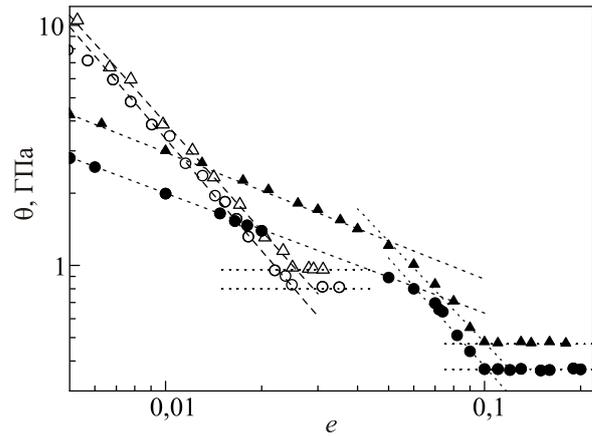


Рис. 6. Зависимости скорости деформационного упрочнения  $\theta = (\partial\sigma/\partial e)_e$  от истинной пластической деформации  $e$ , перестроенные в логарифмических координатах согласно соотношению (2), для НК ( $\Delta, \circ$ ) и КЗ ( $\blacktriangle, \bullet$ ) титана ВТ1-0 при температурах 293 К ( $\Delta, \blacktriangle$ ) и 393 К ( $\circ, \bullet$ ).

и позволяют находить значения  $\sigma_v$ . Величины параметров  $n_{v-1}$  и  $\lg(h_v n_v)$  определяются коэффициентами уравнений прямолинейных отрезков на рис. 6.

Деформационное упрочнение связано с дальнедействующими внутренними напряжениями  $\sigma_i$ . В свою очередь, эффективные напряжения  $\sigma^*$  в случае титана зависят от температуры, скорости деформации и содержания примесей внедрения в [25]. Для КЗ титана величины эффективных напряжений  $\sigma^*$  при деформациях  $e > 0,005$  не зависят от деформации [24–26]. Можно считать, что ход деформационной кривой выше этих значений  $e$  отражает изменение внутреннего напряжения  $\sigma_i$ , обусловленное формирующейся субструктурой в процессе пластической деформации. Исходя из этого был проведен сравнительный анализ стадийности скорости деформационного упрочнения  $\theta$  для НК и КЗ титана для деформаций  $e > e_1 \simeq 0,006$ .

Полученные значения реологических параметров для стадий деформационного упрочнения КЗ и НК титана приведены в табл. 1. Постоянные значения параметров  $h_v$  и  $n_v$  стадий отражают плавный, присущий данным участкам деформационных кривых, характер упрочнения. Согласно [24], показатель деформационного упрочнения  $n_1$  в уравнении (1) для стадии I кривой «напряжение–деформация» КЗ ( $d = 35$  мкм) титана в интервале температур 77–393 К равен приблизительно 0,5 (смотри табл. 1) и отражает процесс увеличения плотности хаотически распределенных дислокаций в предварительно отожженном образце в процессе деформации. Физический смысл параметра  $h_1$  в данном случае отражает интенсивность накопления дислокаций в процессе пластической деформации. В НК титане начальная стадия упрочнения кривой растяжения характеризуется отрицательными значениями пара-

Таблица 1. Эмпирические значения реологических параметров в уравнении Людвига (1) для стадий деформационного упрочнения для титана КЗ ( $d = 35$  мкм) [24] и НК ( $d = 40$  нм) [настоящая работа]

$D$ , мкм	$T$ , К	Стадия I				Стадия II				Стадия III			
		$\sigma_1$ , МПа	$e_1$	$n_1$	$h_1$ , МПа	$\sigma_2$ , МПа	$e_2$	$n_2$	$h_2$ , МПа	$\sigma_3$ , МПа	$e_3$	$n_3$	$h_3$ , МПа
35	373	240	0,005	0,45	340	300	0,06	-0,8	-6,5	330	0,095	1,0	370
	293	325	0,005	0,44	450	430	0,07	-0,8	-7,5	460	0,10	1,0	480
0,040	393	-	-	-	-	755	0,08	-0,51	-7,4	800	0,023	1,0	810
	293	-	-	-	-	854	0,07	-0,54	-5,3	950	0,025	1,0	970

метров  $n$  и  $h$  (табл. 1), что указывает на другую физику деформационного упрочнения и на отсутствие стадии аналогичной наблюдаемой для КЗ титана стадии I.

Стадия II с отрицательными значениями  $h_2 < 0$  и  $n_2 < 0$  кроме КЗ титана [24] (смотри табл. 1) ранее наблюдалась для Fe [27] и Zr [28] при анализе кривых «напряжение–деформация» с использованием метода Крусса–Жауля. В случае отожженного КЗ титана стадия II отвечает уровню пластической деформации на кривой упрочнения, когда по достижению критической плотности подвижных краевых дислокаций ( $\rho \cong 10^{13} - 10^{14} \text{ м}^{-2}$ ) происходит процесс их самоорганизации, в результате которого образуются полосовые элементы субструктуры мезоскопического масштаба — так называемые дислокационные полосы переориентации (ПП). Эти структурные элементы наблюдались и изучены нами в работах [24,29]. В результате быстрой перестройки дислокационной структуры имеющиеся краевые дислокации «расходятся» на создание стенок ПП. Как следствие падает интенсивность накопления дислокаций и заметно уменьшается их плотность в пространстве между стенками ПП, т.е. в той хаотической неупорядоченной субструктуре, которая перед этим определяла скорость деформационного упрочнения на предыдущей стадии. В Fe [27] и Zr [28] стадия II с отрицательными значениями  $h_2$  и  $n_2$  объясняется динамическим возвратом за счет поперечного скольжения при образовании ячеистой структуры. По своей природе этот процесс образования разориентированных дислокационных структур можно считать аналогичным образованию ПП в КЗ титане.

В НК титане исходное структурное состояние сформировано при относительно больших степенях деформации ( $e_{th} \cong 2$ ) в условиях низких температур. Его основными структурными элементами являются наномасштабные зерна ( $d < 100$  нм) — результат механического двойникования — и короткие отрезки прямолинейных винтовых дислокаций [29]. Поэтому отсутствие в начале кривой упрочнения стадии аналогичной стадии I в КЗ титане можно объяснить высокой плотностью деформационных дефектов в исходной структуре. С большой вероятностью можно предположить, что динамический возврат, с которым обычно

связывается наличие стадии II в КЗ металле с отрицательными значениями  $h_2$  и  $n_2$ , будет сопровождать деформацию образцов и НК титана, начиная с малых пластических деформаций. Подтверждением этому являются результаты ПЭМ исследований Zr (металл-аналога Ti) [30], где показано, что введенные при криопротатке дислокации являются подвижными при высоком уровне растягивающих напряжений, обуславливая динамический возврат и образование наноразмерных субзерен в процессе деформации при комнатной температуре.

Регистрируемое в работе [30] уменьшение уширения рентгеновских дифракционных пиков свидетельствует об уменьшении плотности введенных при криопротатке дислокаций в области шейки образца после растяжения. Этот процесс, по сути, аналогичен наблюдаемому на II стадии упрочнения КЗ титана, когда в результате быстрой перестройки дислокационной структуры, созданной на первом этапе, определенный тип дислокаций «расходится» на создание стенок ПП. Как следствие падает интенсивность накопления дислокаций и заметно уменьшается их плотность в пространстве между стенками ПП. В НК титане уменьшение плотности дислокаций внутри нанозерен, вызванное аннигиляцией винтовых дислокаций противоположного знака, также может привести к наблюдаемому быстрому падению скорости деформационного упрочнения. Таким образом, можно считать, что как и во всех ранее наблюдаемых случаях, отрицательные значения параметров  $h_2$  и  $n_2$  в случае НК титана отражают динамику перестройки предварительно созданной дислокационной структуры и, следовательно, быстрого уменьшения скорости деформационного упрочнения  $\theta$  на данной стадии.

Стадия III КЗ в титане связывается с достижением при комнатной и повышенных температурах определенной плотности либо полос переориентации, либо двойников при низких температурах. Эта стадия, отвечающая линейному упрочнению, предсказывается (как и стадия I) дислокационными теориями упрочнения поликристаллов [31]. Согласно им длина свободного пробега дислокаций ограничена размерами дислокационных конфигураций, сформированных в процессе

предшествующей деформации: дислокационных ячеек, разориентированных дислокационных полосовых структур (ПП), двойниковых ламелей и пр. Таким образом, на стадии линейного упрочнения III пластическое течение определяется процессами на внутренних поверхностях раздела (границах) этих структурных элементов.

В НК титане, полученном методом КМФЗ, к основным структурным элементам следует отнести границы зерен (кристаллитов) и винтовые дислокации. Процесс аннигиляции винтовых дислокаций будет приводить к истощению их плотности внутри зерен. О явлении так называемого «механического отжига» сообщалось в работе [32]. В кристаллах Ni с субмикронным зерном и с высокой начальной плотностью дефектов (результат приготовления) зерна освобождались от дислокаций при деформации сжатием под действием механических напряжений. Можно предположить, что в НК состоянии пластическая деформация титана будет контролироваться механизмами, тесно связанными с границами зерен (кристаллитов). А именно: из-за неспособности зерен нанометрового диапазона к накоплению дислокаций процесс пластической деформации НК титана на стадии линейного упрочнения ( $n_3 = 1$ ) будет происходить за счет постепенного включения дислокационных источников и истощения дислокаций при их поглощении границами зерен (кристаллитов).

### 3.3. Относительное удлинение

На диаграммах деформации (рис. 3) видно, что почти трехкратное повышение прочностных характеристик НК титана сопровождается резким падением пластичности (относительное удлинение до разрушения  $\delta_f$  при комнатных температурах уменьшается с  $\sim 25\%$  до  $\sim 6\%$ ). При уменьшении размера зерен до десятков нанометров изменяется также и вид зависимости  $\delta_f(T)$ , характерный для КЗ титана (рис. 7, кривая 1) [9,18]. На рис. 7 (кривая 4) приведена температурная зависимость относительного удлинения  $\delta_f(T)$  НК титана со средним размером зерен  $d = 40$  нм. Ее вид отвечает наблюдаемой для малопластичных металлических материалов, когда величина  $\delta$  при понижении температуры существенно уменьшается.

Низкая пластичность (в частности, величина равномерного удлинения) образцов НК титана с размером зерен  $d = 35$  и  $40$  нм может рассматриваться как результат раннего проявления пластической неустойчивости. На деформированных растяжением плоских образцах, как правило, под углом  $\sim 55^\circ$  образуется локализованная зона пластической деформации (полоса сдвига) [33]. Такое поведение является характерным для наноструктурных материалов и объясняется низким значением скорости деформационного упрочнения  $\theta$  [20] и, как следствие, проявлением пластической неустойчивости в соответствии с критерием Консидэ  $\theta = (\partial\sigma/\partial\epsilon)_\epsilon \leq \sigma$ . Здесь  $\sigma$  — истинное значение напря-

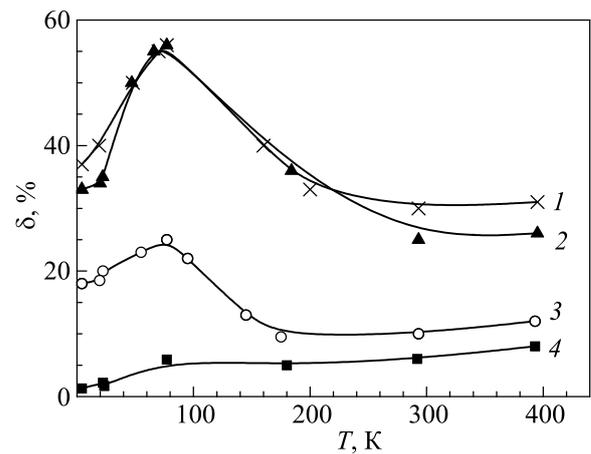


Рис. 7. Температурная зависимость относительного удлинения до разрушения  $\delta_f$  титана VT1-0 со средним размером зерен  $d$ : 20 мкм (1), 2 мкм (2), 80 нм (3), 40 нм (4).

жения течения. В нашем случае подтверждением этому являются зависимости  $\theta = (\partial\sigma/\partial\epsilon)_\epsilon$  от  $\epsilon$  для титана в НК состоянии, приведенные на рис. 5 (кривые 3). Как было отмечено выше, одной из основных причин наблюдаемого быстрого падения скорости деформационного упрочнения  $\theta$  НК титана — невозможность увеличения общей плотности дислокаций внутри наномасштабного зерна.

С другой стороны, весьма важной деформационной модой титана, которая вызывает увеличение скорости деформационного упрочнения  $\theta$ , является двойникование [34]. Общеизвестна роль двойникования в обеспечении высокого уровня пластичности КЗ титана, особенно при низких температурах, в условиях ограниченного количества систем скольжения [9,35]. Однако, согласно [36], в УМЗ и нанокристаллических ГПУ металлах двойникование подавляется. Таким образом, можно предположить, что причиной низкой пластичности НК титана со средним размером зерен 35 и 40 нм (смотри рис. 3 и рис. 7, кривая 4) является отсутствие в зернах двойникования.

Напротив, для КЗ и НК титана со структурой, содержащей некоторую долю ( $\sim 15\%$ ) зерен субмикронного размера (рис. 7, кривые 1–3), наблюдаются более высокие значения  $\delta_f$  и другой вид температурной зависимости  $\delta_f(T)$ . Из сравнения кривых 3 и 4 на рис. 7 видно, что наличие УМЗ фракции приводит к росту относительного удлинения до разрушения  $\delta_f$  в два раза при комнатных температурах, а ниже  $T \approx 100$  К — в 4–10 раз. Температурная зависимость  $\delta_f(T)$  в данном случае подобна зависимости, которая наблюдается для КЗ титана (рис. 7, кривая 1) [9,18]. Величина  $\delta_f$ , составляющая в области умеренно низких и комнатных температурах 11 %, резко увеличивается ниже  $T \approx 120$  К, достигая максимального значения  $\delta_f = 25\%$  при 77 К, и остается достаточно высокой при водородно-гелиевых температурах ( $\delta_f > 15\%$ ).

При ограниченном количестве действующих систем скольжения по призматическим плоскостям  $\{10\bar{1}0\}\{11\bar{2}0\}$  такое повышение пластичности считается следствием активизации дополнительной деформационной моды — двойникования. Среди факторов, влияющих на активность двойникования в  $\alpha$ -титане, кроме температуры, важными являются чистота, размер зерна и текстура исходного материала. Можно предположить, что механизм деформации в зернах субмикронного размера отвечает механизму, наблюдаемому в КЗ металле. Это подтверждается результатами ПЭМ исследований [37], где эволюция микроструктуры была изучена в образцах субмикроструктурного титана ( $d = 0,4\text{--}0,6$  мкм) при комнатной температуре.

Методами ПЭМ была изучена деформационная микроструктура образца НК титана с УМЗ фракцией после растяжения при температуре 77 К. На рис. 8 наблюдается большое количество нанодвойников шириной 40–100 нм, возникших в рабочей части образца. Таким образом, увеличение скорости деформационного упрочнения  $\theta = (\partial\sigma/\partial e)_\dot{\epsilon}$  и характер ее изменения с деформацией могут быть объяснены активизацией двойникования (рис. 5). При сохранении определенного уровня скорости деформационного упрочнения  $\theta$  будет задерживаться выполнение критерия Консидэ до более высоких значений деформации, способствуя увеличению равномерного удлинения.

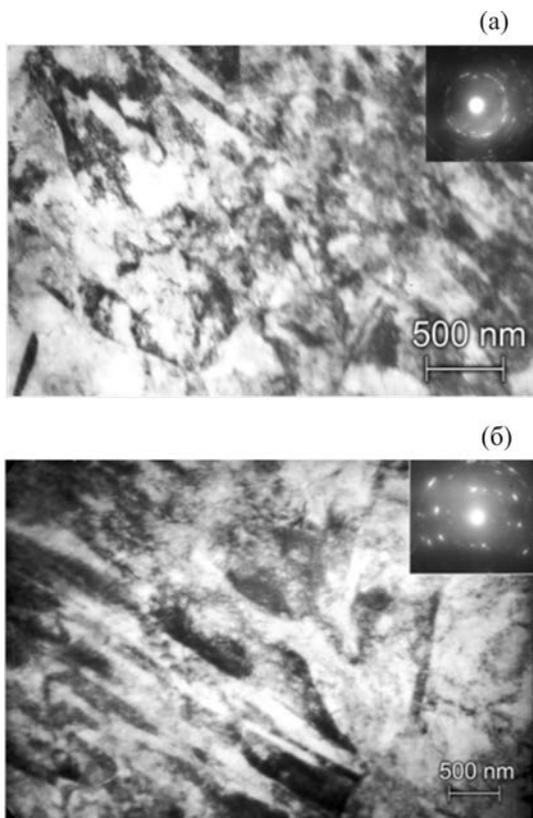


Рис. 8. Светлопольные ПЭМ изображения с микроэлектроннограммами НК титана ( $d = 80$  нм) после растяжения при  $T = 77$  К (область равномерной деформации).

С другой стороны, наблюдаемую активизацию двойникования можно связать с обнаруженным в работе заметным ростом зерна при квазистатическом растяжении (рис. 8). Кроме длины наблюдаемых двойников, на это указывает характер колец и рефлексов на микроэлектроннограммах. Среди механизмов роста зерен под действием приложенного напряжения рассматриваются миграция границ зерен, зернограничное проскальзывание, вращение зерен и их коалесценция (подробнее смотри в работе [38]). Регистрируемое в настоящей работе увеличение размеров зерен в среднем от  $\sim 150\text{--}400$  нм до нескольких микрон при столь низких температурах в течение 2–3 мин может свидетельствовать об атермической природе процесса. Рост зерен в районе «шейки» (хотя и не столь сильный) при деформации образца растяжением, а также вблизи отпечатка индентора при комнатных и низких температурах ранее наблюдался в НК и УМЗ Cu, Ni и сплавах (Ni–Fe, Co–P), полученных электроосаждением [38]. Наиболее интенсивно рост зерен происходит в тех областях образца, где достигаются наибольшие упругие напряжения и их градиенты. Полученные в работе результаты изменяют существующее представление о роли двойникования в пластической деформации НК титана. Таким образом, увеличение пластичности НК титана с УМЗ фракцией, наиболее значительное при низких температурах ( $T \lesssim 140$  К), может быть объяснено сочетанием двух процессов: динамическим ростом зерен под действием растягивающих напряжений и активизирующимся нанодвойникованием в зернах субмикронного размера.

Важным наблюдением является также тот факт, что в отличие от КЗ матрицы, где плотность дислокаций столь высокая, что ее нельзя надежно определить методом ПЭМ, наноразмерные двойниковые прослойки практически чисты от дислокаций. Этот результат является подтверждением представления о невозможности накопления дислокаций в нанозернах (нанокристаллитах) вследствие сил изображения и взаимодействия с границами зерен (подробнее смотри [20]).

#### 4. Заключение и выводы

Закономерности низкотемпературной пластической деформации НК титана технической чистоты ВТ1-0 были изучены в экспериментах по квазистатическому растяжению при изменении среднего размера зерен от 35 нм до 2 мкм в интервале температур  $4,2 \text{ К} < T < 395 \text{ К}$ . Широкий интервал вариации размеров и распределения зерен по размерам стал возможен благодаря использованию КМФЗ технологии, сочетающей прокатку при температуре жидкого азота и последующие отжиги. Проведение исследований при низких температурах обеспечивало структурную стабильность изучаемых образцов благодаря минималь-

ной вероятности процессов отдыха. Результаты исследований влияния величины и характера распределения зерен по размерам на механические свойства представляют интерес для их оптимизации (сочетание высокой прочности и хорошей пластичности). Проведенный сравнительный анализ экспериментальных данных позволил сделать следующие выводы.

1. Полученные диаграммы деформации НК титана свидетельствуют об отсутствии заметного влияния уменьшения размера зерна от микронных ( $d = 2$  мкм) до нанометровых значений (35–80 нм) на температурный порог  $T_{\text{jump}}$  начала скачкообразного пластического течения — одной из основных особенностей низкотемпературной пластичности металлических материалов. Выявлена корреляция между относительной амплитудой скачка напряжения  $\Delta\sigma/\sigma$  и скоростью деформационного упрочнения  $\theta = (\partial\sigma/\partial e)_\dot{\epsilon}$  в режиме низкотемпературного скачкообразного пластического течения в отсутствие скоростной чувствительности деформирующих напряжений.

2. Уменьшение размера зерна до  $d = 35$  нм обуславливает повышение условного предела текучести  $\sigma_{0,2}$  титана технической чистоты ВТ1-0 в интервале температур 4,2–395 К в среднем в 2,5 раза при резком уменьшении относительного удлинения до разрушения  $\delta_f$ .

3. Резкое уменьшение относительного удлинения  $\delta_f$  рассматривается как следствие проявления неустойчивости пластического течения, обусловленной уменьшением скорости деформационного упрочнения на ранних стадиях деформационной кривой.

4. Предполагается, что быстрое уменьшение скорости деформационного упрочнения  $\theta$  в НК титане может быть объяснено невозможностью накопления дислокаций внутри нанозерен и, как следствие, обеспечением достаточного уровня упрочнения. Процесс пластической деформации в этом случае может происходить за счет постепенного включения дислокационных источников и истощения дислокаций при поглощении их границами зерен и сохранении динамической плотности дислокаций в зерне. Отсутствие двойникования (важной деформационной моды титана) в зернах нанометрового размера является второй причиной низких значений скорости деформационного упрочнения.

5. Создание структуры, состоящей из нанокристаллической матрицы и небольшой доли ( $\approx 15\%$ ) зерен субмикронного размера, обеспечивает увеличение пластичности НК титана, особенно существенное при температурах  $T \lesssim 140$  К. Установлено, что наблюдаемый эффект обусловлен сочетанием двух процессов: динамическим ростом зерен под действием растягивающих напряжений и активизирующимся в зернах субмикронного размера нанодвойникованием.

Авторы благодарят профессора В.Д. Нацика за полезные рекомендации при подготовке статьи к опубликованию.

Работа выполнена при поддержке Государственной целевой научно-технической программы «Нанотехнологии и наноматериалы» на 2010–2014 гг. (проект №1.1.1.31).

1. H. Gleiter, *Acta Mater.* **48**, 1 (2000).
2. Y.T. Zhu, T.C. Lowe, and T.G. Langdon, *Script. Mater.* **51**, 825 (2004).
3. M.A. Meyers, A. Mishra, and D.J. Benson, *Prog. Mater. Sci.* **51**, 427 (2006).
4. Р.З. Валиев, И.В. Александров, *Объемные наноструктурные металлические материалы: получение, структура и свойства*, ИКЦ «Академкнига», Москва (2007).
5. R.Z. Valiev, Yu. Estrin, Z. Horita, T.G. Langdon, M. Zehetbauer, and Y.T. Zhu, *JOM* **58**, 33 (2006).
6. R.Z. Valiev and T.G. Langdon, *Prog. Mater. Sci.* **51**, 881 (2006).
7. Y. Estrin and A. Vinogradov, *Acta Mater.* **61**, 782 (2013).
8. В.А. Москаленко, А.Р. Смирнов, А.В. Москаленко, *ФНТ* **35**, 1160 (2009) [*Low Temp. Phys.* **35**, 905 (2009)].
9. V.A. Moskalenko, V.I. Startsev, and V.N. Kovaleva, *Cryogenics* **20**, 507 (1980).
10. S.V. Zherebtsov, G.S. Dyakonov, A.A. Salem, V.I. Sokolenko, G.A. Salishchev, and S.L. Semiatin, *Acta Mater.* **61**, 1167 (2013).
11. В.А. Москаленко, В.И. Бетехтин, Б.К. Кардашев, А.Г. Кадомцев, А.Р. Смирнов, Р.В. Смолянец, М.В. Нарыкова, *ФНТ* **56**, 1539 (2014).
12. В.З. Бенгус, Е.Д. Табачникова, В.Д. Нацик, И. Мишкур, К. Чах, В.В. Столяров, Р.З. Валиев, *ФНТ* **28**, 1211 (2002) [*Low Temp. Phys.* **28**, 864 (2002)].
13. В.В. Шпейзман, В.И. Николаев, Н.Н. Песчанская, А.Е. Романов, Б.И. Смирнов, И.А. Александров, Н.А. Еникеев, В.У. Кадыханов, А.А. Назаров, *ФНТ* **49**, 644 (2007).
14. A.V. Podolskiy, C. Mangler, E. Schafner, E.D. Tabachnikova, and M.J. Zehetbauer, *J. Mater. Sci.* **48**, 4689 (2013).
15. И.С. Брауде, Н.Н. Гальцов, В.А. Москаленко, А.Р. Смирнов, *ФНТ* **37**, 1307 (2011) [*Low Temp. Phys.* **37**, 1202 (2011)].
16. В.А. Москаленко, В.Д. Нацик, В.Н. Ковалева, В.В. Пустовалов, С.Э. Шумилин, *ФНТ* **22**, 1459 (1996) [*Low Temp. Phys.* **22**, 1108 (1996)].
17. V.A. Moskalenko, V.D. Natsik, and V.N. Kovaleva, *Mater. Sci. Eng. A* **309–310**, 173 (2001).
18. V.N. Kovaleva and V.A. Moskalenko, *Cryogenics* **29**, 1002 (1989).
19. Р. Хоникомб, *Пластическая деформация металлов*, Мир, Москва (1972).
20. Y.M. Wang and E. Ma, *Mater. Sci. Eng. A* **375–377**, 46 (2004).
21. H.J. Kleemola and M.A. Nieminen, *Metallurg. Trans.* **5**, 1863 (1974).
22. C. Crussard and B. Jaoul, *Rev. Metal.* **47**, 589 (1950).
23. B. Jaoul, *J. Mech. Phys. Solids* **5**, 95 (1957).
24. V.A. Moskalenko, A.R. Sмирнов, V.N. Kovaleva, and V.D. Natsik, *ФНТ* **28**, 1310 (2002) [*Low Temp. Phys.* **28**, 935 (2002)].

25. V.N. Kovaleva, V.A. Moskalenko, and V.D. Natsik, *Philos. Mag.* **70**, 423 (1994).
26. G. Baur and P.J. Lehr, *Less-Common. Met.* **69**, 203 (1980).
27. S.N. Monteiro and R.E. Reed-Hill, *Metallurg. Trans.* **2**, 1947 (1971).
28. S.I. Mannan and P. Rodrigues, *Trans. Indian Inst. Met.*, No. 6, 49 (1973).
29. V.A. Moskalenko and A.R. Smirnov, *Mater. Sci. Eng. A* **246**, 282 (1998).
30. D. Guo, M. Li, Y. Shi, Zh. Zhang, T. Ma, H. Zhang, and X. Zhang, *Mater. Sci. Eng. A* **558**, 611 (2012).
31. Ф.П.Н. Набарро, З.С. Базинский, Д.В. Холт, *Пластичность чистых монокристаллов*, Металлургия, Москва (1967).
32. Z.W. Shan, R.K. Mishra, S.A. Syed Asif, O.L. Warren, and A.M. Minor, *Nat. Mater.* **7**, 115 (2008).
33. А.В. Русакова, С.В. Лубенец, Л.С. Фоменко, В.А. Москаленко, *ФНТ* **38**, 1240 (2012) [*Low Temp. Phys.* **38**, 980 (2012)].
34. A.A. Salem, S.R. Kalidindi, and R.D. Doherty, *Acta Mater.* **51**, 4225 (2003).
35. H. Conrad, *Prog. Mater. Sci.* **26**, 123 (1982).
36. J.L. Sun, P.W. Trimby, X. Si, X.Z. Liao, N.R. Tao, J.T. Wang, *Scripta Mater.* **68**, 475 (2013).
37. М.М. Мышляев, С.Ю. Миронов, *ФТТ* **44**, 711 (2002).
38. М.Ю. Гуткин, К.Н. Микаелян, И.А. Овидько, *ФТТ* **50**, 1216 (2008).

## Low-temperature plastic deformation and strain hardening of nanocrystalline titanium

V.A. Moskalenko, A.R. Smirnov, and R.V. Smolianets

The regularities of low-temperature plastic deformation of nanocrystalline (NC) commercial purity titanium VT1-0 have been studied in the quasi-static tensile experiments with average grain size ranged from  $d = 35$  nm up to  $d = 2$   $\mu$ m in the temperature range  $4.2$  K  $< T < 395$  K. The wide range of grain size distribution became possible due to using the method of cryomechanical grain fragmentation which combined rolling at liquid nitrogen temperature with subsequent annealing. It is found that the smooth curves are of a behavior wavy at temperatures  $T \lesssim 30$  K, become serrated ones with decreasing temperature down to  $T_{\text{jump}} \approx 22$  K. The correlation between relative amplitude of the stress jump  $\Delta\sigma/\sigma$  and strain hardening rate  $\theta = (\partial\sigma/\partial\epsilon)_\dot{\epsilon}$  was found. A significant increase of ductility (especially at temperatures  $T \lesssim 140$  K) under the condition of presence of a small fraction ( $\approx 15\%$ ) of submicron grains in NC titanium was observed. This can be explained by a combination of two processes: the dynamic grain growth under the influence of tensile stress and nanotwinning activation in the submicron grains. Discovered anomalous grain growth at cryogenic temperatures also favors for nanotwinning in the process of deformation. In the nanometer-sized grains ( $d \lesssim 50$  nm) twins were not observed.

PACS: **81.07.-b** Nanoscale materials and structures: fabrication and characterization;  
 62.20. F Deformation and plasticity;  
**81.40.-z** Treatment of materials and its effects on microstructure; nanostructure, and properties;  
 81.40.Ef Cold working, work hardening; post-deformation annealing.

Keywords: nanocrystalline titanium VT1-0, mechanical properties, strain hardening rate, twinning, electron microscopy.