

Микромеханические свойства титана VT1-0 после криопрокатки до разной степени деформации

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

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

Статья поступила в редакцию 13 февраля 2015 г., после переработки 8 апреля 2015 г., опубликована онлайн 23 июня 2015 г.

Многопроходная прокатка титана VT1-0 при температуре, близкой к температуре жидкого азота, до деформации $e = -2$ привела к измельчению зерна от ~ 10 мкм до ~ 35 нм и к почти двукратному увеличению микротвердости. Данные опытов по микроиндентированию показали, что прокатанные образцы имеют достаточно однородную по объему структуру. Увеличение микротвердости с ростом величины криодеформации можно описать модифицированным эмпирическим законом Воче. На зависимости микротвердости от размера зерна в координатах Холла–Петча выделяются два участка с наклонами k_{HP1} и $k_{HP2} < k_{HP1}$, когда размер зерна становится меньше ~ 250 нм. Сильная температурная зависимость микротвердости изученных образцов титана VT1-0 свидетельствует о термоактивированном характере пластической деформации, а близкие значения термоактивационных параметров, по-видимому, указывают на единый механизм деформации данного материала под индентором независимо от размера зерна.

Багатопохідне вальцювання титану VT1-0 при температурі, близькій до температури рідкого азоту, до деформації $e = -2$ привело до подрібнення зерна від ~ 10 мкм до ~ 35 нм і до майже двократного збільшення микротвердості. Дані дослідів з мікроіндентування показали, що відвальцьовані зразки мають досить однорідну по об'єму структуру. Збільшення микротвердості з ростом величини криодеформації можна описати модифікованим емпіричним законом Воче. На залежності микротвердості від розміру зерна в координатах Холла–Петча виділяються два відрізки з нахилами k_{HP1} і $k_{HP2} < k_{HP1}$, коли розмір зерна стає менше за ~ 250 нм. Сильна температурна залежність микротвердості вивчених зразків свідчить про термоактивований характер пластичної деформації під індентором, а близькі значення термоактивацийних параметрів, ймовірно, вказують на єдиний механізм деформації даного матеріалу під індентором незалежно від розміру зерна.

PACS: 81.40.Ef Холодная обработка, деформационное упрочнение, отжиг, последеформационный отжиг; закалка с последующим возвратом и кристаллизация;
62.20.Qr Трение, трибология и твердость;
68.35.Gy Механические свойства, поверхностная деформация.

Ключевые слова: титан VT1-0, криопрокатка, ультрамелкозернистый и нанокристаллический титан, характеристика структуры, микротвердость, соотношение Холла–Петча, температурная зависимость микротвердости.

1. Введение

Основным структурным параметром, определяющим прочностные и технологические свойства поликристаллических материалов, является размер зерна. Так, в низкотемпературной области предел текучести σ_y (или деформирующее напряжение) изменяется в зависимости

от размера зерна d согласно хорошо известному эмпирическому соотношению Холла–Петча [1,2]:

$$\sigma_s = \sigma_{0s} + k_s d^{-1/2}, \quad (1)$$

где σ_{0s} — напряжение трения решетки, противодействующее движению скользящих дислокаций, k_s — коэффициент Холла–Петча. Следовательно, путем из-

мельчения зерна до субмикронных размеров можно получить материалы, которые имеют существенно более высокую прочность по сравнению с крупнозернистыми аналогами. После того как в работе [3] был опубликован метод равноканального углового прессования (РКУП), разработан целый ряд эффективных технологий получения материалов со сверхмелким зерном. Это вызвало широкий интерес к исследованию свойств ультрамелкозернистых (УМЗ) и нанокристаллических (НК) металлов и сплавов как с фундаментальной, так и с прикладной точек зрения [4–7].

В настоящее время совершенствуются ранее предложенные и разрабатываются новые методики получения УМЗ и НК состояний материала. Значительная фрагментация структуры чаще всего достигается с помощью интенсивной пластической деформации [3,4,6,7]. В работе [8] был реализован метод получения объемного нанокристаллического титана ВТ1-0 путем криопротекции исходной крупнозернистой (КЗ) заготовки при температуре жидкого азота ($T \approx 0,04 T_m$, $T_m = 1933 \text{ К}$ — температура плавления титана). При относительной деформации сжатия $\varepsilon \approx 86 \%$ (истинная деформация $e = \ln(t/t_0) = -1,95$, где t_0 и t — начальная и конечная толщины прокатываемой пластины) средний размер зерна прокатанного титана составил $\sim 35 \text{ нм}$. Такое измельчение зерна достигнуто в результате подключения к процессу деформации двойникования, активность которого усиливается при понижении температуры. Влияние температуры на двойникование и эволюцию микроструктуры титана технической чистоты в процессе прокатки при температурах 293 К и около 77 К было изучено в работах [9–11].

Ранее [12] нами исследована структурная однородность и низкотемпературные микромеханические свойства титана ВТ1-0 с размером зерна в интервале 35 нм–10 мкм, полученного по методике, описанной в [8]. Изменение размера зерен в направлении их укрупнения в этом случае производили путем отжига НК титана ($d = 35 \text{ нм}$) при температурах 525, 725 и 943 К.

Целью данной работы было: 1) изучение зависимости размера зерна от степени криопротекции титана ВТ1-0, 2) характеристика структурного состояния прокатанных образцов методом микроиндентирования, 3) оценка упрочнения титана в зависимости от степени деформации при криопротекции и от размера зерна, 4) измерение температурной зависимости микротвердости образцов титана с разным размером зерна, что необходимо для анализа механизма пластической деформации.

2. Материал и методика экспериментов

Для исследований был использован титан ВТ1-0 в состоянии поставки, а также прокатанный при температуре, близкой к температуре жидкого азота [8]. Степень деформации при прокатке варьировали в преде-

лах от $e = -0,06$ до $e = -3$, что позволило иметь образцы со средним размером зерен в диапазоне от $\sim 10 \text{ мкм}$ у исходной заготовки до $\sim 35 \text{ нм}$ у образцов, прокатанных до деформации $e = -2$ и выше. Методика криопротекции будет описана в отдельной публикации [13]. Несколько образцов приготовлены из материала, который перед прокаткой был дополнительно отожжен при температуре 670 °С в течение 45 мин. Существенного влияния эта процедура на структуру и микромеханические свойства не оказала.

Образцы для измерений микротвердости вырезали из полосок материала механическим способом. Поверхности образцов обрабатывали на шлифовальной шкурке с разным размером абразивного зерна; окончательная полировка пастой ГОИ, нанесенной на фетр или замшу, давала зеркально гладкую поверхность, пригодную для экспериментов по индентированию.

Микротвердость образцов по Виккерсу при комнатной температуре измеряли на стандартном приборе ПМТ-3, а в интервале температур 77–300 К — на специальном низкотемпературном твердомере со свободно подвешенным индентором [14]. Время приложения нагрузки при индентировании составляло 10 с. Измерения микротвердости в интервале нагрузок на индентор 0,05–2,2 Н позволили определить параметры размерного эффекта при индентировании материала в разном структурном состоянии и установить оптимальную нагрузку, использованную в дальнейших исследованиях. Микротвердость по Виккерсу вычисляли по формулам:

$$H_V = 1,854 \frac{P}{D^2} \quad \text{или} \quad H_V = 1,854 \frac{P}{D_1 D_2} \quad (2)$$

в зависимости от формы отпечатка (квадратная или ромбическая соответственно). Здесь P — величина нагрузки на индентор, D , D_1 и D_2 — диагонали остаточного отпечатка.

На рис. 3, 6, 7 и 8 приведены значения микротвердости, усредненные не менее чем по 10 отпечаткам индентора. Стандартная ошибка среднего составляла (1–2) % от величины среднего значения микротвердости (см. табл. 2).

3. Экспериментальные результаты и обсуждение

3.1. Влияние криодеформации на микроструктуру образцов

Зеренная структура образцов была изучена методом темнопольной трансмиссионной электронной микроскопии; далее под термином «зерно» понимаются области материала, разделенные большеугловыми границами ($\varphi \geq 15^\circ$), к которым, в частности, относились и границы двойниковых ламелей.

Таблица 1. Параметры и основные характеристики логнормального распределения зерен по размеру для криопрокатанных и отожженных после криопрокатки образцов (см. рис. 1)

Деформация $ e $	\bar{d} , нм	a , нм	$\sigma_{\ln d}$	m_d , нм	σ_d , нм	\bar{H}_V , ГПа
0,6	525	406,7	0,86	588,6	616	2,25
0,86	245	172,7	0,78	234,1	214,24	2,6
1,3	35	32	0,3	33,4	10,3	2,67
1,65	44	38	0,36	40,6	11,91	2,58
2 [12]	35	30	0,42	32,8	14,4	2,89
1,9 ^{*)}	45	34	0,56	40	24,14	3,02
1,9 ^{**)}	70	61,2	0,48	68,7	34,95	2,64

Примечание: ^{*)} отжиг при $T = 250$ °С в течение 45 мин, ^{**)} отжиг при $T = 450$ °С в течение 45 мин, $e = \ln(t/t_0)$ — истинная деформация при криопрокатке, t_0 и t — начальная и конечная толщины прокатываемой пластины, \bar{d} — средний размер зерна (выборочное среднее), \bar{H}_V — среднее значение микротвердости при комнатной температуре, $\ln a = m_{\ln d}$ и $\sigma_{\ln d}$ — математическое ожидание и стандартное отклонение для $\ln d$; m_d и σ_d см. формулы (4) и (5).

Важными факторами, влияющими на механизмы деформации и механические свойства поликристаллических материалов, кроме среднего размера зерна, являются также структура границ зерен и характер распределения зерен по размерам [15]. В частности, было показано, что увеличение дисперсии размеров зерен в унимодальной зеренной структуре уменьшает упрочнение и коэффициент Холла–Петча [16–18]. В данной работе нами проведена статистическая обработка измерений размеров зерен в ряде изученных образцов (табл. 1). В качестве примера на рис. 1 приведены гистограммы распределения зерен по размерам в двух образцах титана: после криопрокатки до деформации $e = -1,65$ и после криопрокатки до деформации $e = -1,9$ (размер зерна ≈ 35 нм) и последующего отжига при температуре $T = 250$ °С в течение 45 мин. Данные образцы, отличающиеся предысторией, характеризуются одинаковым раз-

мером зерна ~ 45 нм, но разной дисперсией (см. табл. 1). Гистограммы для других образцов по характеру подобны гистограмме, показанной на рис. 1(а).

Эти гистограммы были аппроксимированы логарифмически-нормальным распределением, которое используется в исследованиях микроструктуры материалов [19–21]. Плотность вероятности логнормального распределения выражается формулой

$$f(d) = \frac{1}{\sqrt{2} \sigma_{\ln d} d} \exp \left[-\frac{(\ln d - \ln a)^2}{2\sigma_{\ln d}^2} \right], \quad (3)$$

где $\ln a = m_{\ln d}$ и $\sigma_{\ln d}$ — математическое ожидание и стандартное отклонение для $\ln d$, имеющего нормальное распределение. Величина a имеет смысл медианы для логнормального распределения d . Основные числовые

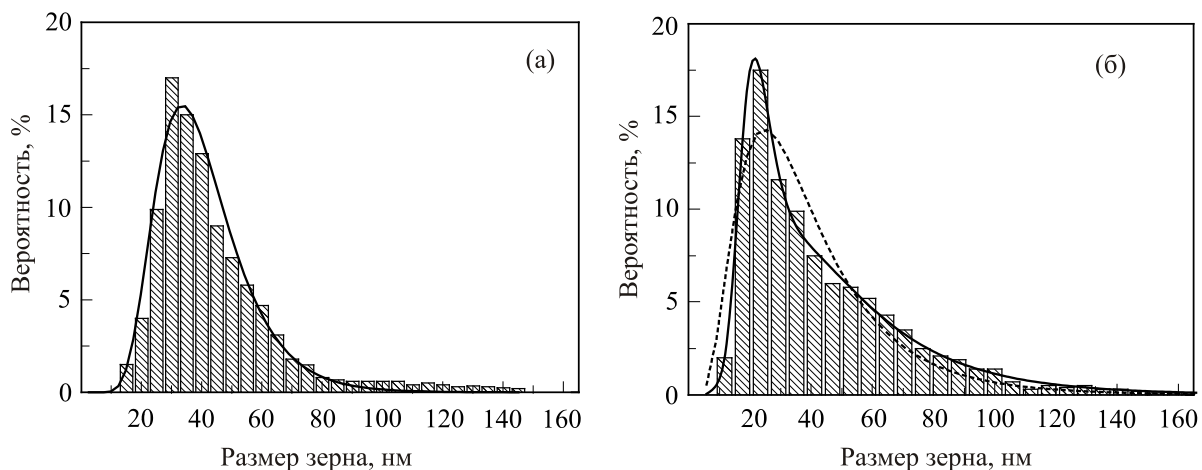


Рис. 1. Гистограммы распределения зерен по размерам в образцах титана ВТ1-0 после криопрокатки до деформации $e = -1,65$ (а) и до деформации $e = -1,9$ ($\bar{d} = 35$ нм) с последующим отжигом при $T = 250$ °С в течение 45 мин (б). Аппроксимация унимодальным (штриховая кривая на рис. 1(б)) и бимодальным (сплошная кривая на рис. 1(а)) логнормальными распределениями. Параметры унимодального распределения приведены в табл. 1.

характеристики, математическое ожидание m_d и дисперсия σ_d^2 случайной величины d , имеющей логнормальное распределение, выражаются следующими формулами:

$$m_d = a \exp(\sigma_{\ln d}^2/2), \quad (4)$$

$$\sigma_d^2 = a^2 \exp(\sigma_{\ln d}^2) [\exp(\sigma_{\ln d}^2) - 1]. \quad (5)$$

Сплошной (рис. 1(а)) и штриховой (рис. 1(б)) линиями показаны кривые плотности вероятности логнормального распределения (3).

Параметры функции (3) для всех изученных образцов приведены в табл. 1. Из этой таблицы видно, что микротвердость увеличивается с уменьшением среднего размера зерна в соответствии с соотношением Холла–Петча. Однако для образцов в наноструктурном состоянии ($d \sim 35\text{--}45$ нм) наблюдается увеличение микротвердости с увеличением дисперсии размера зерен, что не согласуется с имеющимися в литературе данными теории и эксперимента [16–18]. Для выяснения причины этого несогласия требуются, очевидно, дальнейшие исследования.

На рис. 1 видно, что гистограмму распределения зерен по размерам в образце титана ВТ1-0 после криопрокатки до деформации $e = -1,65$ (рис. 1(а)) можно хорошо аппроксимировать функцией (3), в то же время для соответствующей гистограммы образца, отожженного после криодеформации (рис. 1(б)), такая аппроксимация не убедительна. Для этого случая вполне удовлетворительным оказалось бимодальное логнормальное распределение:

$$f(d) = \frac{1}{\sqrt{2\pi} (\sigma_{\ln d})_1 d} \exp\left[-\frac{(\ln d - \ln a_1)^2}{2(\sigma_{\ln d})_1^2}\right] + \frac{1}{\sqrt{2\pi} (\sigma_{\ln d})_2 d} \exp\left[-\frac{(\ln d - \ln a_2)^2}{2(\sigma_{\ln d})_2^2}\right], \quad (6)$$

где $a_1 = 21,9$ нм, $a_2 = 45,3$ нм, $(\sigma_{\ln d})_1 = 0,23$, $(\sigma_{\ln d})_2 = 0,55$, $(m_d)_1 = 22,5$, $(m_d)_2 = 52,7$, $(\sigma_d)_1 = 27,5$ нм, $(\sigma_d)_2 = 31,3$ нм. Кривая плотности вероятности бимодального логнормального распределения с этими параметрами показана на рис. 1(б) сплошной линией. Отжиг криопрокатанного образца изменил характер зеренной микроструктуры, однако бимодальность распределения зерен по размерам не проясняет увеличения микротвердости при увеличении дисперсии.

На рис. 2 в полулогарифмических координатах приведена зависимость среднего размера зерна в изученных образцах от величины криодеформации $\lg \bar{d} - |e|$. Видно, что значительное измельчение зерна происходило в области деформаций до $|e| = 1,3$, а в интервале от 1,3 до 2 средний размер зерна практически не зависел от деформации, достигнув уровня $\sim(35\text{--}45)$ нм. Зависимость $\bar{d}(|e|)$, показанная на рис. 2, качественно согла-

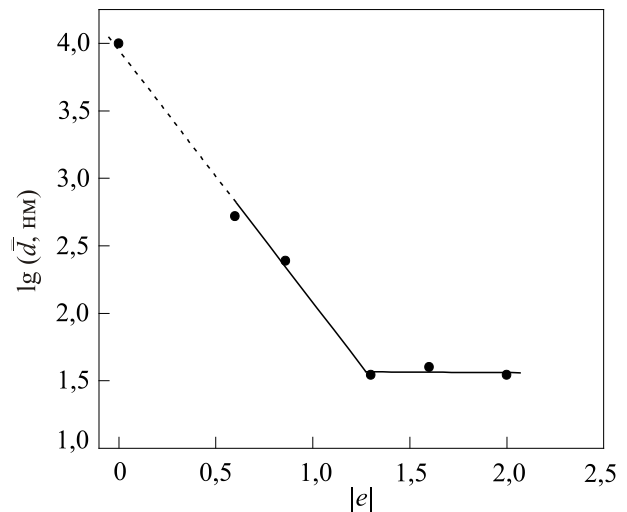


Рис. 2. Зависимость среднего размера зерна в образцах титана ВТ1-0 от деформации при криопрокатке.

сается с аналогичной зависимостью, приведенной в работе [10] для технически чистого титана (прокатка при комнатной температуре и при $T \approx 77$ К). В работе [10] на графике $\lg \bar{d} - |e|$ в области $|e| \leq 0,2$ выделен участок, где размер зерна уменьшается быстро, что авторы связывают с экстенсивным двойникованием. С увеличением степени деформации от $|e| = 0,2$ до $|e| = 2,66$ активность двойникования убывала, так что скорость уменьшения размера зерна падала. Минимальный размер зерна 80 нм получен в результате прокатки при температуре около 77 К.

Детальному исследованию фрагментации титана ВТ1-0 посвящена работа [13], где обсуждается эволюция микроструктуры в процессе прокатки, связанная в основном с двойникованием, которое приводит к образованию большеугловых границ раздела.

3.2. Размерный эффект и оптимальная нагрузка на индентор

В экспериментах по микроиндентированию твердых тел часто наблюдается зависимость микротвердости от нагрузки $H(P)$ или от глубины внедрения индентора $H(h)$. Это так называемый размерный эффект при индентировании (ISE). Данный эффект наблюдается и в опытах с коническими и пирамидальными инденторами, хотя в этом случае образуются геометрически подобные отпечатки, т.е. соблюдается закон подобия. Проблеме ISE посвящено большое количество исследований; основные ссылки можно найти в работе [22], в которой анализируется размерная зависимость нанотвердости.

Размерный эффект может быть обусловлен разными причинами: вибрацией индентора при малых нагрузках [23,24], дефектом вершины индентора [25], упругим возвратом отпечатка после снятия нагрузки [24,26], пол-

зучестью [26,27], градиентом механических свойств поверхностного слоя [28,29] и геометрически необходимыми дислокациями (ГНД) [30–32].

Для получения корректных (истинных) значений микротвердости в зависимости от различных параметров (термомеханической обработки, температуры, концентрации примесей, координаты индентирования и др.) необходимо, по крайней мере, проводить измерения в таком интервале нагрузок на индентор, в котором микротвердость не зависит от величины нагрузки. С целью определения этого интервала нагрузок для нескольких образцов при комнатной температуре были получены зависимости $H_V(P)$ при изменении нагрузки от 0,05 Н до 2,2 Н (рис. 3). Эти измерения представляют интерес в связи с тем, что дают информацию о структурном состоянии поверхностного слоя, которое может отличаться от состояния объема образца вследствие механической шлифовки и полировки поверхности. Зависимости $H_V(P)$ проанализированы на предмет соответствия экспериментальных данных модели ГНД

[32], определены параметры модели для образцов с разным структурным состоянием.

На рис. 3(а) приведены зависимости микротвердости от нагрузки на индентор, полученные на трех образцах: одном в состоянии поставки (кривая 1) и на двух образцах, подвергнутых прокатке до деформации $e = -0,6$ (кривая 2) и $e = -1,3$ (кривая 3). Видно, что для прокатанных образцов микротвердость слабо зависела от величины нагрузки на индентор, а значения микротвердости при $P = 2,2$ Н составили $H_V \approx 2,31$ ГПа и $H_V \approx 2,64$ ГПа соответственно для образцов, прокатанных до $e = -0,6$ и $e = -1,3$. При нагрузках 0,05 Н и 0,1 Н значения H_V были меньше ожидаемых, исходя из аппроксимации зависимости $H_V(P)$ при $P > 0,05-0,1$ Н, что может быть связано с разупрочнением поверхностного слоя в результате механической обработки поверхности образцов. Подобный эффект наблюдался и в опытах по наноиндентированию ГЦК металлов [33–35], в том числе монокристаллов меди [33,35], и рассматривался как артефакт, обусловленный обработкой поверхности [34,35]. В исходном образце (рис. 3(а), кривая 1), напротив, в области малых нагрузок наблюдалось существенное уменьшение микротвердости при увеличении нагрузки на индентор: величина микротвердости изменялась от $\sim 2,2$ ГПа при $P = 0,05$ Н до $\sim 1,4$ ГПа при $P \geq 1,5$ Н. Незначительное разупрочнение поверхностного слоя (в смысле отклонения от прямой $H_V^2(1/h)$) можно увидеть на рис. 3(б). Поскольку выход на постоянное значение H_V , называемое истинной твердостью, наблюдался при нагрузке $P \approx 1,5$ Н, все дальнейшие измерения, независимо от предыстории образца, были выполнены при $P \geq 1,5$ Н, а именно, при нагрузке $P = 1,5$ Н при изучении зависимости микротвердости от координаты индентирования и $P = 2,2$ Н при изучении влияния температуры на микротвердость.

Для интерпретации размерного эффекта при индентировании наиболее часто используется концепция геометрически необходимых дислокаций. В модели ГНД [32] сопротивление внедрению индентора вычислено с учетом вклада статистически накопленных дислокаций плотностью ρ_s и геометрически необходимых дислокаций, плотность которых, по предположению, $\rho_G \propto 1/h$; при этом получена следующая зависимость микротвердости от h :

$$\frac{H}{H_0} = \sqrt{1 + \frac{h^*}{h}}, \quad (7)$$

где H_0 — твердость материала в отсутствие геометрически необходимых дислокаций, например при $h \gg h^*$ («истинная» или классическая твердость [33]), h^* — характерная длина, которая зависит от плотности статистически накопленных дислокаций и характеризует зависимость твердости от глубины внедрения индентора. В модели ГНД [32] выражение для h^* имеет вид:

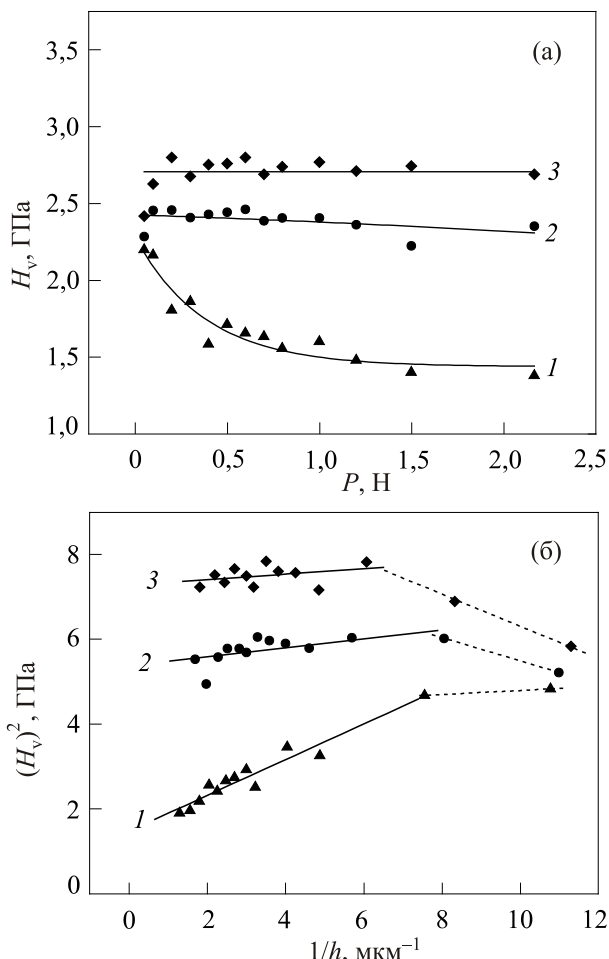


Рис. 3. Зависимость микротвердости образцов титана ВТ1-0 в состоянии поставки (1) и после прокатки до деформации $e = -0,6$ (2) и $e = -1,3$ (3) от величины нагрузки на индентор (а) и от глубины внедрения индентора (б). $T = 295$ К.

$$h^* = \frac{81}{2} b \alpha^2 \operatorname{tg}^2 \theta \left(\frac{\mu}{H_0} \right)^2, \quad (8)$$

где b — модуль вектора Бюргерса дислокации, $\alpha \approx 0,5$, θ — угол между поверхностью образца и гранью пирамиды индентора, μ — модуль сдвига. Из (8) видно, что $h^* \propto 1/\rho_s$.

Для сопоставления с моделью ГНД [32] данные измерений $H_V(P)$ (рис. 3(а)) представлены на рис. 3(б) в координатах, соответствующих выражению (7). Глубина внедрения индентора связана с диагональю отпечатка при индентировании пирамидой Виккерса соотношением $h \leq (1/7)D$. За исключением точек, отвечающих самым малым значениям глубины внедрения индентора $h \leq 0,2$ мкм, экспериментальные данные удовлетворительно описываются этой моделью с такими параметрами: $H_0 = 1,22$ ГПа, $h^* = 0,28$ мкм для образца в состоянии поставки (кривая 1); $H_0 = 2,32$ ГПа, $h^* = 0,02$ мкм для образца, прокатанного до $e = -0,6$; $H_0 = 2,7$ ГПа, $h^* = 0,009$ мкм для образца, прокатанного до $e = -1,3$. Упрочненные в результате криопротатки образцы, как и следовало ожидать, характеризуются более высокими значениями H_0 и значительно меньшими величинами характерной длины h^* по сравнению с образцом в состоянии поставки.

Отметим, что зависимость твердости от глубины внедрения индентора $H_V(h)$ в модели [32] хорошо согласуется с экспериментом в опытах по микроиндентированию, но не соответствует измерениям нанотвердости, где $h \leq 1$ мкм [36,37]. В работе [36] предложена аналитическая модель, основанная на предположении о максимально допустимой плотности ГНД под индентором, которая позволяет объяснить зависимость микро- и нанотвердости от глубины отпечатка. Результаты измерений размеров пластической зоны под отпечатками малого размера (соответственно плотности ГНД) в монокристалле меди [37] можно рассматривать как прямое подтверждение модели, предложенной в [36]. Некоторые критические замечания по поводу модели ГНД [32] для объяснения размерного эффекта при индентировании высказаны в работе [22]. Детальное обсуждение его природы содержится в обзоре [38].

Таким образом, зависимости микротвердости от нагрузки (глубины проникновения индентора) в наших экспериментах могут быть обусловлены двумя причинами: наличием градиента микромеханических свойств в поверхностном слое образцов и образованием геометрически необходимых дислокаций под отпечатком индентора.

3.3. Характеризация структурного состояния исходного и криодеформированного титана VT1-0

Необходимым условием практического применения ультрамелкозернистого и нанокристаллического титана

является стабильность и однородность структуры. Для характеристики степени однородности структуры заготовок исходного и прокатанного титана была измерена микротвердость при комнатной температуре в зависимости от координаты индентирования (см. рис. 4) на трех взаимно перпендикулярных плоскостях: xu — плоскость прокатки, yz — плоскость, содержащая направление прокатки, и плоскость xz , перпендикулярная направлению прокатки. Измерения проводили вдоль направлений, обозначенных на схеме образца штриховыми линиями.

Исходный крупнозернистый образец, как видно на рис. 4, достаточно однородный. Значения микротвердости не проявляют систематической зависимости от координаты индентирования, а их отклонение от среднего значения носит случайный характер. Этот образец характеризуется средним значением микротвердости в измерениях на трех плоскостях $H_V = (1,56 \pm 0,03)$ ГПа с небольшим стандартным отклонением от среднего $s_d \approx 0,11$ ГПа (см. табл. 2).

Существенное увеличение микротвердости обнаружено при прокатке до деформации $e = -0,6$. Дальнейшая прокатка до $e = -1,3$ привела к незначительному росту микротвердости. Однако при индентировании прокатанных образцов в обоих случаях обнаружен градиент микротвердости на интервале измерений вдоль соответствующих координат, как видно на рис. 4. Градиент H_V на плоскости прокатки xu , очевидно, связан с разницей температур в голове и в хвосте заготовки, охлажденной в жидком азоте перед прокаткой. Время прокатки составляет ≤ 5 с в зависимости от длины заготовки. За это время температура хвоста может несколько увеличиться за счет окружающей среды и теплопроводности. Градиент микротвердости на торцевой xz и боковой yz плоскостях обусловлен, скорее всего, разогревом при вырезании образца на фрезерном станке и не связан с криопротаткой заготовки.

Статистический анализ данных по микротвердости исходного и прокатанных образцов проводили по всему набору измерений H_V на выбранной плоскости, поскольку отмеченный градиент небольшой. Для количественной характеристики однородности микромеханических свойств были построены гистограммы значений микротвердости, показанные на рис. 5. Вычисленные статистические характеристики приведены в табл. 2. Из таблицы 2 видно, что величина стандартного отклонения в пределах разброса не зависит от степени криодеформации, в то время как коэффициент вариации после прокатки до $e = -(1,3-2)$ уменьшается примерно в 2–3 раза по сравнению с исходной заготовкой. Полученные результаты показывают, что разработанная методика низкотемпературной прокатки титана VT1-0 создает достаточно однородную структуру, характеризующую малым разбросом микротвердости относительно среднего значения. Небольшое различие среднего значения микро-

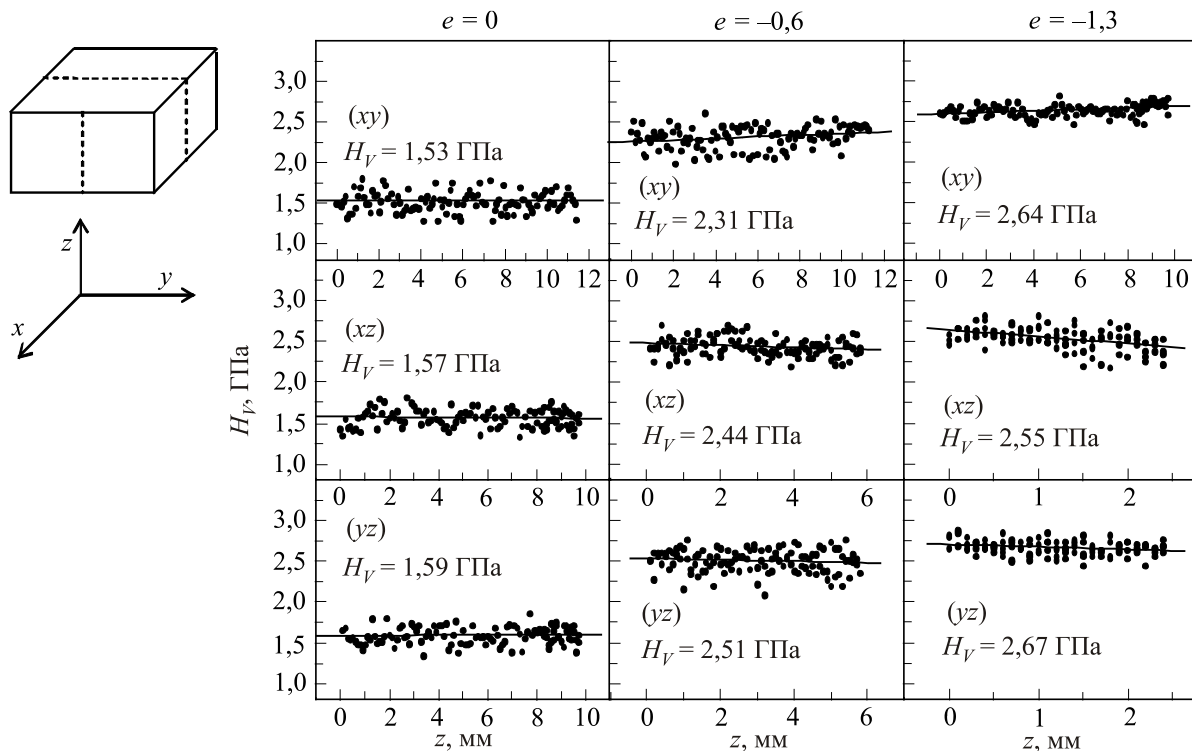


Рис. 4. Зависимость микротвердости от координаты индентирования образцов титана BT1-0 в исходном состоянии $e = 0$ и прокатанных до $e = -0,6$ и $e = -1,3$. xy — плоскость прокатки, y — направление прокатки; измерения проводили вдоль штриховых линий, показанных на схеме образца; H_V — средние значения микротвердости. $T = 295$ К, нагрузка на индентор $P = 1,5$ Н.

твердости на разных плоскостях индентирования может быть связано с кристаллографической текстурой, формирующейся при прокатке.

3.4. Упрочнение в результате криодеформации

На рис. 6 приведена зависимость микротвердости образцов титана от величины криодеформации. График включает данные для образцов двух типов: приготовленных из материала в состоянии поставки без предварительной термической обработки и приготовленных из того же материала, но с предварительным отжигом перед прокаткой. Полученная зависимость может быть описана функцией вида

$$H_V = H_{V0} + H_{V1} \left[1 - \exp\left(-\frac{|e|^n}{|e_c|}\right) \right], \quad (9)$$

предложенной в [39] для аппроксимации кривой «напряжение–деформация» σ – ε в широкой области деформации металлов в процессе РКУП. В выражении (9) H_{V0} , H_{V1} , e_c и показатель деформационного упрочнения n (n меняется в пределах от 0 до 1) — постоянные величины, используемые для подгонки экспериментальных данных. При $n = 1$ эта функция переходит в эмпирическое уравнение Воце [40] как частный случай общего выражения (9), из которого следует асим-

птотическое насыщение деформационного упрочнения при больших деформациях. При малых деформациях получаем обычное эмпирическое соотношение Холломона [41] (в нашем случае для твердости):

$$H_V = H_{V0} + H_{V1} |e|^n. \quad (10)$$

Экспериментальные данные независимо от предыстории образцов хорошо описываются выражением (9) при следующих значениях подгоночных параметров: $H_{V0} = 1,74$ ГПа, $H_{V1} = 2,3$ ГПа, $|e_c| = 2,25$, $n = 0,5$.

Качественно подобный вид имеет полученная в работе [10] зависимость условного предела текучести от степени деформации, где показано, что $\sigma_{0,2}(|e|)$ асимптотически приближается к насыщению при деформации $|e| \geq 1$. Тот факт, что процесс упрочнения посредством низкотемпературной прокатки титана (как следствие зеренной фрагментации) протекает с насыщением, начиная с определенной деформации (микротвердость или предел текучести практически достигают максимума уже при $|e| \approx 1-2$), представляет интерес с точки зрения оптимизации режима термомеханической обработки, если целью фрагментации зерна было именно получение высокопрочного состояния.

Зернограничное упрочнение в первом приближении оценивают по уравнению Холла-Петча (1). На рис. 7 приведена зависимость микротвердости титана BT1-0

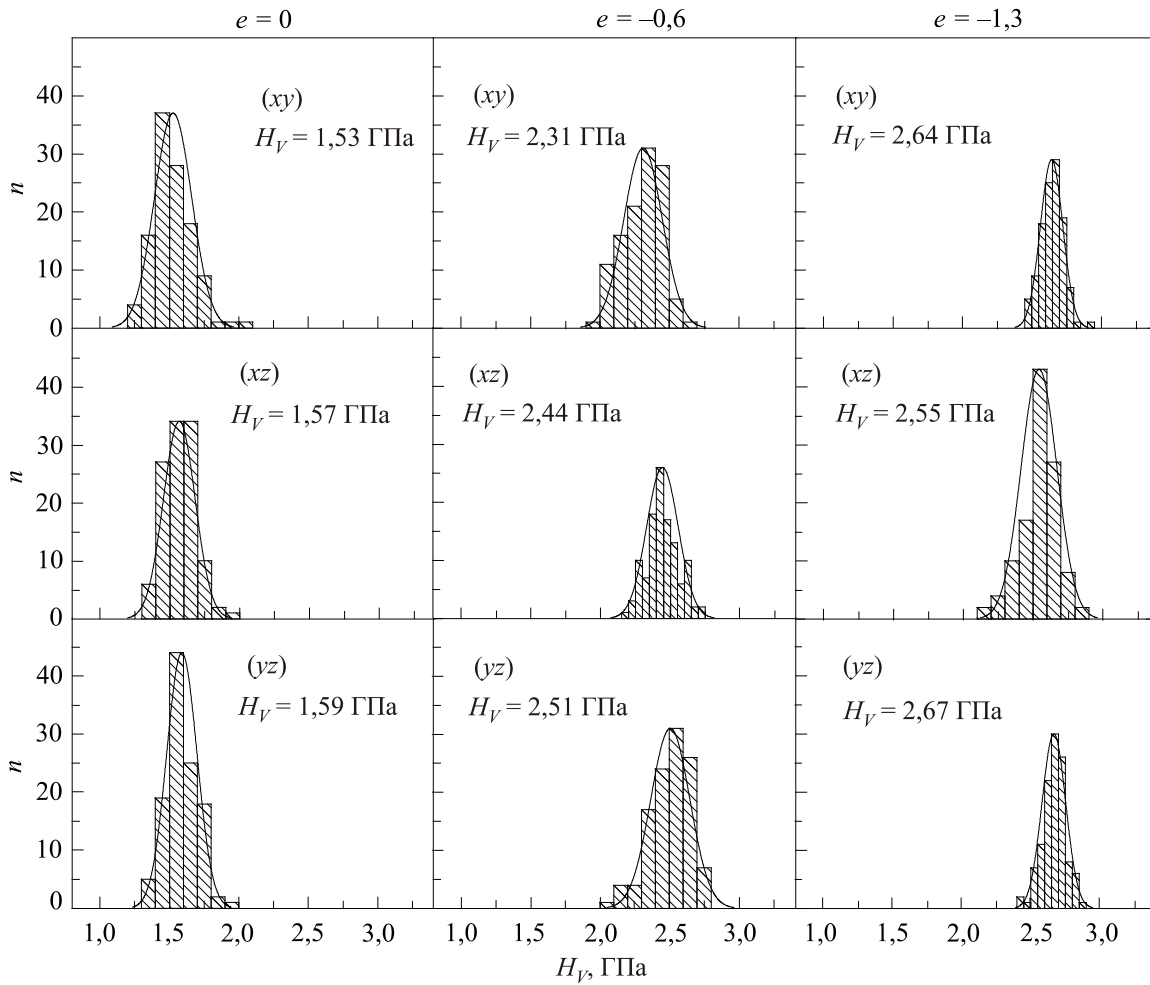


Рис. 5. Гистограммы микротвердости, измеренной на образцах титана ВТ1-0 в исходном состоянии $e = 0$ и прокатанных до $e = -0,6$ и $e = -1,3$. xy — плоскость прокатки, y — направление прокатки; плоскости xz и yz см. схему образца на рис. 4. $T = 295$ К, $P = 1,5$ Н. Аппроксимация нормальным распределением.

от размера зерна $H_V(\bar{d}^{-1/2})$. Она может быть аппроксимирована двумя линейными участками со значительно отличающимися коэффициентами Холла–Петча: $k_{HP1} = 0,58$ МПа·м^{1/2} в области размеров зерен $\bar{d} \geq 250$ нм (область 1) и $k_{HP2} = 0,09$ МПа·м^{1/2} в области $\bar{d} = (35–250)$ нм (область 2). Ранее [10] было обнаружено аналогичное изменение наклона на зависимости условного предела текучести от размера зерна $\bar{\sigma}_{0,2}(\bar{d}^{-1/2})$ для образцов титана технической чистоты, прокатанных при температурах ~ 77 и 293 К и испытанных на растяжение при комнатной температуре и при $T_V = 77$ К. Изменение наклона Холла–Петча на зависимости $\bar{\sigma}_{0,2}(\bar{d}^{-1/2})$ в [10] отмечено в точке $\bar{d} \approx 0,6$ мкм. Меньшее значение размера зерна, отвечающее изменению наклона на графике $H_V(\bar{d})$ (рис. 7) можно объяснить тем, что при измерении микротвердости среднее значение представительной деформации под индентором $\bar{\epsilon} = 0,076$ больше по сравнению с деформацией $\epsilon = 0,002$, отвечающей условному пределу текучести при растяжении образцов.

Билинейный характер зависимости предела текучести от размера зерна в координатах Холла–Петча, наблюдаемый в ряде металлов и сплавов с различной кристаллической структурой [42], имеет разную природу. В материалах с высокосимметричной ГЦК решеткой, где деформация контролируется скольжением дислокаций, такое поведение в [43] объясняется зависимостью характера дислокационной структуры деформируемого материала от размера зерна. В поликристаллах с ГПУ решеткой имеется всего четыре независимые кристаллографические системы скольжения с минимальным вектором Бюргерса $\langle a \rangle$, а именно, 2 базисных и 2 призматических. Согласно принципу Мизеса, для обеспечения произвольного формоизменения зерен в каждом из них должны действовать не менее пяти независимых друг от друга систем сдвига. Это необходимое условие сохранения сплошности деформируемого поликристалла на границах зерен. Дефицит систем скольжения может быть компенсирован деформационным двойникованием (исследование распределения разориентаций в

Таблица 2. Выборочные характеристики микротвердости исходных и криопрокатанных образцов титана BT1-0

Деформация e	Плоскость индентирования	Объем выборки n	\bar{H}_V , ГПа	S_d , ГПа	S_e , ГПа	s_d/H_V
0	xy	115	1,53	0,13	0,01	0,09
	xz	114	1,57	0,11	0,01	0,07
	yz	114	1,59	0,11	0,01	0,07
0,6	xy	114	2,31	0,14	0,01	0,06
	xz	115	2,44	0,11	0,01	0,06
	yz	114	2,51	0,14	0,01	0,06
1,3	xy	114	2,64	0,08	0,01	0,03
	xz	114	2,55	0,13	0,01	0,05
	yz	114	2,67	0,08	0,01	0,03
2 [12]	xy	110	2,96	0,08	0,01	0,03

Примечание: $\bar{H}_V = \left(\frac{1}{n}\right) \sum_{j=0}^n H_{V_j}$ — среднее значение микротвердости; s_d — среднеквадратичное отклонение; $S_d^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{i=0}^n (H_{V_i} - \bar{H}_V)^2$; $s_e = \frac{S_d}{\sqrt{n}}$ — стандартная ошибка среднего; $\frac{S_d}{\bar{H}_V}$ — коэффициент вариации, характеризующий относительный разброс микротвердости. Измеряемая величина микротвердости $H_V = \bar{H}_V \pm s_e$.

[10] показало, что в условиях прокатки титана при температурах 77 и 295 К основными системами двойникования являются $\{10\bar{1}2\}\langle\bar{1}011\rangle$ и $\{11\bar{2}2\}\langle 112\bar{3}\rangle$ или скольжением дислокаций с вектором Бюргерса $\langle c+a \rangle$ по пирамидальным плоскостям. Деформационное двойникование и пирамидальное скольжение создают пластический сдвиг вдоль направления оси c . В титане и других ГПУ кристаллах критическое напряжение начала двойникования меньше, чем напряжение, необходимое для активизации пирамидального скольжения [42]. Поэтому деформационное двойникование играет заметную роль в пластической деформации таких материалов. Уменьшение размера зерна затрудняет как скольжение, так и двойникование, что аналитически выражается эмпирическим соотношением Холла–Петча типа (1):

$$\sigma_t = \sigma_{0t} + k_t d^{-1/2}. \quad (11)$$

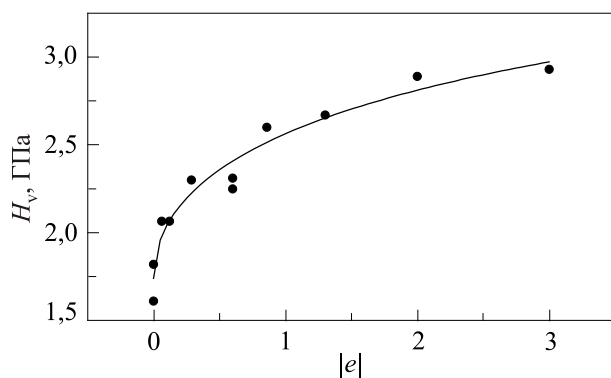


Рис. 6. Зависимость микротвердости титана BT1-0 от деформации при криопрокатке. $T = 295$ К, $P = 2,2$ Н.

Прямые измерения показывают, что наклон Холла–Петча для двойникования k_t существенно больше, чем наклон Холла–Петча, соответствующий деформации, контролируемой скольжением k_s : сплав Fe-3%Si (ОЦК решетка) [44], сплав AZ31 (ГПУ решетка) [45], другие материалы [42]. Такой же результат получен при сжатии вдоль оси c монокристаллических микрообразцов (микро-столбиков), имеющих размер в поперечном сечении от ~ 1 мкм до 200 нм [46].

С уменьшением размера зерна в поликристалле деформационное двойникование подавляется, и в случае ГПУ ультрамелкозернистых и нанокристаллических образцов

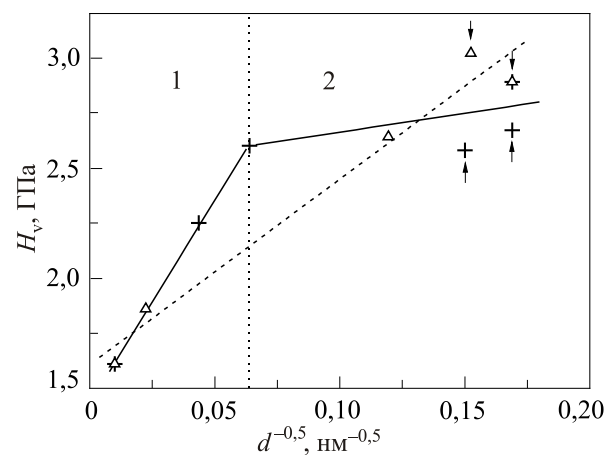


Рис. 7. Зависимость микротвердости титана BT1-0 от размера зерна: (+) — размер зерна изменяли криопрокаткой до разной степени деформации, (Δ) — размер зерна изменяли отжигом при разных температурах образца с зерном ~ 35 нм [12]. $T = 295$ К, $P = 2,2$ Н.

ских материалов оно заменяется (в качестве пятой системы пластического сдвига) скольжением пирамидальных дислокаций с вектором Бюргерса $\langle c+a \rangle$, о чем свидетельствуют данные исследований дислокационной структуры деформированных образцов титана с использованием методики высокоразрешающей электронной микроскопии [47].

Анализ перехода контролирующей роли в пластичности деформируемых ГПУ материалов от деформационного двойникования к скольжению с уменьшением размера зерна выполнен, в частности, в [42,45], а конкретно для титана в [10], базируясь на изучении микроструктуры испытанных образцов. В [42,45] обсуждается также вопрос о большей чувствительности двойникования к размеру зерна по сравнению со скольжением ($k_t > k_s$). Возможные причины этого эффекта рассмотрены в работе [48].

Коэффициент Холла–Петча, вообще говоря, не является константой материала, а может зависеть от таких факторов, как скорость и величина деформации, температура, а также от способа формирования зеренной структуры [5]. Наши измерения микротвердости титана ВТ1-0, когда размер зерна меняли в сторону увеличения путем отжига исходного нанокристаллического образца с $\bar{d} = 35$ нм [12], качественно согласуются с обобщенным графиком Холла–Петча в работе [49]. Этот график был построен на базе большого числа оригинальных и литературных данных и представляет собой прямую линию, проходящую через массив точек в диапазоне размеров зерна от ~ 10 мкм до ~ 10 нм. Результаты наших измерений микротвердости отожженных образцов, показанные на рис. 7, также можно аппроксимировать прямой линией [12] с коэффициентом Холла–Петча в данном случае $k_{HP} \approx 0,26$ МПа·м^{1/2}, так что $k_{HP1} > k_{HP} > k_{HP2}$. Однако близкие значения микротвердости образцов с разной предысторией, как видно на рис. 7, позволяют предположить, что способ формирования микроструктуры в случае титана ВТ1-0 существенно не влияет на характер зависимости микротвердости от размера зерна. Это предположение подтверждается измерениями зависимости микротвердости титана ВТ1-0 от размера зерна в диапазоне 25 мкм–60 нм, выполненными в работе [50], где размер зерна изменяли путем отжига образцов с нанокристаллической структурой. Графики Холла–Петча в [50] и на рис. 7 имеют близкие значения коэффициентов k_{HP1} и k_{HP2} , хотя построены для образцов с разной предысторией. Заметим, однако, что значения микротвердости образцов, термически обработанных с целью изменения размера зерна, оказались примерно на 5–15 % выше, чем образцов после прокатки. Это видно как на рис. 7 (парные образцы, отвечающие одинаковому размеру зерна, отмечены стрелками), так и при сопоставлении данных рис.7 нашей работы и рис. 9 работы [50]. Для

однозначного ответа на вопрос о различиях в механическом поведении титана со структурой, сформированной разными способами, имеет смысл провести целенаправленные совместные исследования прочностных характеристик и микроструктуры соответствующих образцов.

3.5. Температурная зависимость микротвердости

На рис. 8 показаны температурные зависимости микротвердости четырех образцов: исходного и после прокатки до деформаций $-0,6$, $-1,3$ и -2 . При понижении температуры от комнатной до 77 К увеличение микротвердости составило ~ 80 % для исходного образца и ~ 60 % для прокатанного до $e = -2$. Форма кривых $H_V(T)$ и средний наклон dH_V/dT проявляют некоторую зависимость от степени прокатки. Для исходного и прокатанного до $e = -0,6$ образцов наблюдается почти линейная зависимость микротвердости от температуры, а при больших деформациях прокатки зависимость $H_V(T)$ усиливается и заметно отклоняется от линейной.

Сильная температурная зависимость микротвердости для всех изученных образцов титана ВТ1-0 с разным размером зерна согласуется с представлениями о термоактивированном характере развития пластической деформации под действием сосредоточенной нагрузки. Предполагая, что кинетика пластической деформации в данном материале определяется преодолением дислокациями локальных барьеров, в частности дислокаций леса, атомов примеси или небольших комплексов таковых, используем следующее выражение для энthalпии активации [51]:

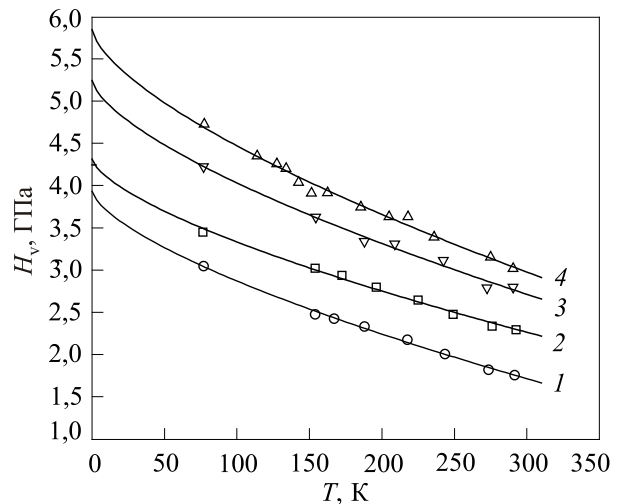


Рис. 8. Температурная зависимость микротвердости титана ВТ1-0: состояние поставки (1); $e = -0,6$ (2); $e = -1,3$ (3); $e = -2$ (4). $P = 2,2$ Н.

$$U(\tau^*) = U_0 \left[1 - \left(\frac{\tau^*}{\tau_c} \right)^p \right]^q, \quad (12)$$

где τ_c — эффективное напряжение безактивационного отрыва дислокации от барьера, U_0 — высота потенциального барьера, феноменологические параметры p и q соответственно рассматриваются в качестве характеристик подножия (и статистики распределения барьеров вдоль линии дислокации) и вершины силового барьера. Они изменяются в пределах $0 \leq p \leq 1$ и $1 \leq q \leq 2$. Соответственно, зависимость активационного объема процесса пластической деформации от температуры имеет вид [52]:

$$V(T) = - \left(\frac{dU}{d\tau^*} \right)_T = \frac{pqU_0T}{\tau_c T_0} \left(\frac{T}{T_0} \right)^{-1/q} \left[1 - \left(\frac{T}{T_0} \right)^{1/q} \right]^{(p-1)/q}, \quad (13)$$

$T_0 = U_0/kA$, $A = \ln(\dot{\epsilon}_0/\dot{\epsilon})$, k — постоянная Больцмана, $\dot{\epsilon}_0$ — предэкспоненциальный множитель в уравнении Аррениуса, $\dot{\epsilon}$ — скорость пластической деформации.

Между микротвердостью и сдвиговым напряжением τ_{ϵ_r} имеется связь, позволяющая вычислить активационный объем, используя данные по температурной зависимости микротвердости [53]:

$$H_V = CM\tau_{\epsilon_r}, \quad (14)$$

где $\epsilon_r = 0,076$ — представительная деформация для индентора Виккерса, коэффициенты $C = 3$ и $M = 3,06$ [32,33]. В рамках этих представлений можно получить выражение для температурной зависимости микротвердости:

$$H_V^* = H_{Vc}^* \left[1 - \left(\frac{T}{T_0} \right)^{1/q} \right]^{1/p}, \quad (15)$$

где $H_V^* = H_V - H_{Vi}$, $H_{Vc}^* = H_{V0} - H_{Vi}$, H_{Vi} — атермическая компонента микротвердости (значение H_V при пороговой температуре T_0 , выше которой исчезает зависимость микротвердости от температуры), H_{V0} — микротвердость при $T = 0$ К. При вычислении высоты потенциального барьера приняли $A = 20$.

Подробный термоактивационный анализ процесса пластической деформации титана был выполнен в работе [54]. Деформирование образцов проводили в режиме растяжения с постоянной скоростью в интервале температур 4,2–600 К. На основании анализа температурной зависимости предела текучести и скоростной чувствительности деформирующего напряжения получены значения параметров $p = 1$ и $q = 3/2$ в области $T < 295$ К. Эти значения p и q мы использовали в (15) при аппроксимации температурных зависимостей микротвердости.

Сплошные линии на рис. 8 — графики функции (15), значения параметров подгонки H_{Vi} , H_{V0} и T_0 приведены в табл. 3. Теоретические кривые достаточно хорошо описывают экспериментальные результаты. Криодеформация, которой подвергались образцы, может оказывать влияние на плотность и мощность препятствий деформационного происхождения. Из данных табл. 3 видно, что высота барьера U_0 возрастает примерно на 20 % при переходе от исходного образца к прокатанным, в то время как увеличение деформации при криопрокатке от $|e| = 0,6$ до $|e| = 2$ слабо влияет на высоту барьера. Рост дальнедействующей компоненты микротвердости H_{Vi} с увеличением $|e|$, очевидно, отражает изменение поля внутренних напряжений в образце в результате прокатки. В целом же видно, что криопрокатка влияет в основном на величину внутренних напряжений, мерой которых в данном случае является дальнедействующая компонента микротвердости.

Выражение (13) для активационного объема после замены критического эффективного сдвигового напряжения τ_c на критическую эффективную микротвердость H_{Vc} и с учетом значений параметров $p = 1$ и $q = 3/2$ имеет вид:

$$V(T) = - \left(\frac{dU}{d\tau^*} \right)_T = \frac{1,5MCKAT}{H_{Vc}^*} \left(\frac{T}{T_0} \right)^{-2/3}. \quad (16)$$

Из (16) следует простое соотношение для зависимости активационного объема от температуры: $V(T) \propto T^{1/3}$.

Величины активационного объема при комнатной температуре, вычисленные с использованием соответствующих значений V_{Vc}^* и T_0 , приведены в табл. 3. Оценки показывают некоторое уменьшение активационного объема с увеличением степени прокатки (на 25% при $|e| = 2$ по сравнению с исходным отожженным

Таблица 3. Эмпирические значения параметров в выражениях (10) и (13) и активационный объем, вычисленный по формуле (11)

Деформация $ e $	H_{Vi} , ГПа	H_{V0} , ГПа	H_{Vc}^* , ГПа	T_0 , К	U_0 , эВ	$V(295 \text{ К}), b^3$
0	1,44	3,94	2,5	358	0,61	20
0,6	1,74	4,32	2,58	422,8	0,72	21
1,3	1,88	5,25	3,37	460	0,78	17
2 [12]	2,2	5,85	3,65	430,1	0,74	15

образцом), которое можно приписать увеличению плотности локальных дефектов в деформированных образцах.

Следует отметить, что подгонка экспериментальных точек теоретическими зависимостями связана с некоторым произволом. По этой причине мы приходим к выводу, что кинетика локальной пластической деформации при индентировании в изученных образцах титана определяется взаимодействием скользящих дислокаций с локальными препятствиями примесного и деформационного происхождения, а реальные параметры U_0 и V , которые в данном случае характеризуют пластическое течение на стадии развитой деформации ($\epsilon = 0,076$), по-видимому, близки к приведенным в табл. 3. Видно, что они чувствительны к степени прокатки, т.е. к сформированной при этом микроструктуре.

4. Выводы

1. Исследована зависимость микротвердости от степени деформации образцов титана технической чистоты ВТ1-0, прокатанных при температуре, близкой к температуре жидкого азота. Согласно данным микроиндентирования, разработанная методика низкотемпературной прокатки создает достаточно однородную структуру с малым разбросом величины микротвердости относительно среднего значения. Увеличение микротвердости с ростом криодеформации хорошо описывается модифицированным законом Воче, предсказывающим асимптотическое насыщение упрочнения по мере увеличения криодеформации.

2. Гистограммы размера зерен в образцах с разной предысторией аппроксимированы логнормальным распределением, определены параметры распределения. Результаты показывают, что увеличение дисперсии размера зерен в наноразмерной области сопровождается увеличением микротвердости образцов. Это не согласуется с имеющимися в литературе данными и требует дополнительного исследования.

3. Зависимость микротвердости титана ВТ1-0 от размера зерна $H_V(\bar{d}^{-1/2})$ может быть аппроксимирована двумя линейными участками (1 и 2) со значительно отличающимися коэффициентами Холла–Петча: $k_{HP1} = 0,58 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$ в области размеров зерен $\bar{d} \geq 250 \text{ нм}$ и $k_{HP2} = 0,09 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$ в области $\bar{d} = (35\text{--}250) \text{ нм}$. Предполагается, что такое поведение $H_V(\bar{d}^{-1/2})$ связано с контролирующей ролью двойникования на участке 1 и сменой двойникования скольжением по пирамидальной системе по мере уменьшения размера зерна на участке 2.

4. Температурные зависимости микротвердости для образцов с размером зерна от 10 мкм до 35 нм проанализированы в предположении, что кинетика криодеформации под индентором определяется взаимодействием скользящих дислокаций с локальными препятствиями. Параметры, характеризующие процесс локальной деформации (высота потенциального барьера

U_0 , активационный объем V), чувствительны к микроструктуре, сформированной при криопротатке.

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

Авторы выражают благодарность Р.В. Смолянцу и Ю.М. Плотниковой за помощь в получении образцов ультрамелкозернистого и нанокристаллического титана, а Н.В. Исаеву за критическое прочтение рукописи и ценные замечания.

1. E.O. Hall, *Proc. Phys. Soc. B* **64**, 747 (1951).
2. N.J. Petch, *Iron Steel Inst.* **174**, 25 (1953).
3. В.М. Сегал, В.И. Резников, А.Е. Дробышевский, В.И. Копылов, *Изв. АН СССР, Металлы* № 1, 115 (1981).
4. R.Z. Valiev and T.G. Langdon, *Progr. Mater. Sci.* **51**, 881 (2006).
5. Г.А. Малыгин, *ФТТ* **49**, 961 (2007).
6. Y. Estrin and A. Vinogradov, *Acta Mater.* **61**, 782 (2013).
7. T.G. Langdon, *Acta Mater.* **61**, 7035 (2013).
8. В.А. Москаленко, А.Р. Смирнов, А.В. Moskalenko, *ФНТ* **35**, 1160 (2009) [*Low Temp. Phys.* **35**, 905 (2009)].
9. И.С. Брауде, Н.Н. Гальцов, В.А. Москаленко, А.Р. Смирнов, *ФНТ* **37**, 1307 (2011) [*Low Temp. Phys.* **37**, 1042 (2011)].
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, *ФТТ* **56**, 1539 (2014) [*Phys. Solid State* **56**, 1590 (2014)].
12. А.В. Русакова, С.В. Лубенец, Л.С. Фоменко, В.А. Москаленко, *ФНТ* **38**, 1240 (2012) [*Low Temp. Phys.* **38**, 980 (2012)].
13. В.А. Москаленко, А.Р. Смирнов, Р.В. Смолянец, *ФНТ* (готовится к печати).
14. Б.Я. Фарбер, Н.С. Сидоров, В.И. Кулаков, Ю.А. Иунин, А.И. Изотов, Г.А. Емельченко, В.С. Бобров, Л.С. Фоменко, В.Д. Нацк, С.В. Лубенец, *Сверхпроводимость* **4**, 2393 (1991).
15. K.S. Kumar, H. Van Swygenhoven, and S. Suresh, *Acta Mater.* **51**, 5743 (2003).
16. K.J. Kurzydłowski, *Scripta Metall. Mater.* **24**, 879 (1990).
17. K.J. Kurzydłowski and J.J. Bucki, *Acta Metall. Mater.* **41**, 3141 (1993).
18. Г.А. Малыгин, *ФТТ* **50**, 1013 (2008).
19. K. Okazaki and H. Conrad, *Metall. Trans.* **3**, 2411 (1972).
20. M.P. Phaniradj, M.J. Prasad, and A.H. Chokshi, *Mater. Sci. Eng. A* **463**, 231 (2007).
21. Г. Готтштейн, *Физико-химические основы материаловедения*, БИНОМ, Лаборатория знаний, Москва (2009).
22. Yu.V. Milman, A.A. Golubenko, and S.N. Dub, *Acta Mater.* **59**, 7480 (2011).

23. С.А. Варченко, И.П. Спалвинь, Г.П. Упит, В.И. Флеров, *Заводская лаборатория* **32**, 1510 (1966).
24. Ю.С. Боярская, Д.З. Грабко, М.С. Кац, *Физика процессов микроиндентирования*, Штиинца, Кишинев (1986).
25. Y.T. Cheng and C.M. Cheng, *J. Mater. Res.* **13**, 10559 (1988).
26. F. Fröhlich, P. Grau, and W. Grellmann, *Phys. Status Solidi A* **42**, 79 (1977).
27. Y.T. Cheng and C.M. Cheng, *Surf. Coat Technol.* **133-134**, 417 (2000).
28. S. Suresh, *Science* **292**, 2447 (2001).
29. Y.P. Cao and J. Lu, *J. Mater. Res.* **19**, 1703 (2004).
30. N.A. Stelmashenko, M.G. Walls, L.M. Brown, and Yu.V. Milman, *Acta Metall. Mater.* **41**, 2855 (1993).
31. J.W. Poole, M.F. Ashby, and N.A. Fleck, *Scripta Mater.* **34**, 559 (1996).
32. D. Nix and H. Gao, *J. Mech. Phys. Solids* **46**, 411 (1998).
33. K. Durst, B. Backes, O. Franke, and M. G. ken, *Acta Mater.* **54**, 2547 (2006).
34. Y. Liu and A.H.V. Ngan, *Scripta Mater.* **44**, 237 (2001).
35. G. Feng, A.S. Budiman, W.D. Nix, N. Tamura, and R. Patel, *J. Appl. Phys.* **104**, 043501 (2008).
36. Y. Huang, F. Zhang, K.C. Hwang, W.D. Nix, G.M. Pharr, and G. Feng, *J. Mech. Phys. Solids* **54**, 1668 (2006).
37. E. Demir, D. Raabe, N. Zaafarani, and S. Zaefferer, *Acta Mater.* **57**, 559 (2009).
38. N.K. Mukhopadhyay and P. Paufler, *Int. Mater. Rev.* **51**, 209 (2006).
39. N.Q. Chinh, G. Horváth, Z. Horita, and T.G. Langdon, *Acta Mater.* **52**, 3555 (2004).
40. E. Voce, *Metallurgia* **51**, 219 (1955).
41. J.H. Hollomon, *Trans. AIME* **162**, 268 (1945).
42. M.A. Meyers, O. Vöhringer, and V.A. Lubarda, *Acta Mater.* **49**, 4025 (2001).
43. H. Conrad, *Metall. Mater. Trans. A* **35**, 2681 (2004).
44. D. Hull, *Acta Metall.* **9**, 191 (1961).
45. M.R. Barnett, Z. Keshavarz, A.G. Beer, and D. Atwell, *Acta Mater.* **52**, 5093 (2004).
46. Q. Yu, Z.-W. Shan, J. Li, X. Huang, L. Xiao, J. Sun, and E. Ma, *Nature* **463**, 335 (2010); Q. Yu, R.K. Mishra, and A.M. Minor, *JOM* **64**, 1235 (2012).
47. J.L. Sun, P.W. Trimby, F.K. Yan, X.Z. Liao, N.R. Tao, and J.T. Wang, *Scripta Mater.* **69**, 428 (2013).
48. M.R. Barnett, *Scripta Mater.* **59**, 696 (2008).
49. A.V. Sergeeva, V.V. Stolyarov, R.Z. Valiev, and A.K. Mukherjee, *Scripta Mater.* **45**, 747 (2001).
50. И.А. Курзина, И.А. Божко, Г.Ю. Юшков, Е.М. Окс, Э.В. Козлов, Ю.П. Шаркеев, *Фундаментальные проблемы современного материаловедения* **9**, 422 (2012).
51. U.F. Kocks, A.S. Argon, and M.F. Ashby, *Thermodynamics and Kinetics of Slip. Progress in Materials Science*, vol. **19**, S. Chalmers, J.W. Christian, and T.S. Massalski (eds.), Oxford: Pergamon Press (1975).
52. Е.Д. Табачникова, Л.В. Подольский, С.Н. Смирнов, И.А. Псарук, В.З. Бенгус, Н. Li, L. Li, H. Chu, and P.K. Liao, *ФНТ* **38**, 301 (2012) [*Low Temp. Phys.* **38**, 239 (2012)].
53. А.В. Русакова, С.В. Лубенец, Л.С. Фоменко, П.А. Забродин, *ФНТ* **40**, 330 (2014) [*Low Temp. Phys.* **40**, 255 (2014)].
54. V.N. Kovaleva, V.A. Moskalenko, and V.D. Natsik, *Philos. Mag. A* **70**, 423 (1994).

Micromechanical properties of titanium VT1-0 cryorolled to various degrees of strain

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

Multipass rolling of titanium VT1-0 at a temperature near the liquid nitrogen temperature to the strain $e = -2$ resulted in the grain refinement from $\sim 10 \mu\text{m}$ to $\sim 35 \text{nm}$ and in a nearly twofold increase in microhardness. The microindentation tests showed that the cryorolled samples had a rather homogeneous structure. The enhancement of microhardness with the increment of imposed strain can be described by the modified Voce empirical law. The grain size dependence of microhardness in the Hall-Petch coordinates consists of two parts with the slopes k_{HP1} and $k_{HP2} < k_{HP1}$ at the grain size less than $\sim 250 \text{nm}$. The strong temperature dependence of microhardness of the investigated samples suggests that their plastic deformation has a thermally activated character. Close values of the thermoactivation parameters presumably indicate the unified deformation mechanism of this material under the indenter over all grain size range.

PACS: 81.40.Ef Cold working, work hardening; annealing, post-deformation annealing, quenching, tempering recovery, and crystallization; 62.20.Qp Friction, tribology, and hardness; 68.35.Gy Mechanical properties; surface strains.

Keywords: titanium VT1-0, cryorolling, ultrafinegrained and nanocrystalline titanium, structur characterization, microhardness, Hall-Petch relationship, microhardness temperature dependence.