

## Стадийность деформационного упрочнения поликристаллического титана при низких температурах и ее связь с эволюцией субструктуры

В. А. Москаленко, А. Р. Смирнов, В. Н. Ковалева, В. Д. Нацик

*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 26 апреля 2002 г.

В интервале температур 10–373 К получены диаграммы растяжения фольги поликристаллического титана технической чистоты и построены соответствующие им кривые деформационного упрочнения в координатах напряжение – пластическая деформация  $\sigma(\epsilon_p)$ . Показано, что кривые упрочнения состоят из двух (при низких температурах) или трех (при высоких температурах) фрагментов (стадий), которые аппроксимируются с помощью уравнения  $\sigma = \text{const} + h\epsilon_p^n$  с постоянными в пределах стадии реологическими параметрами  $n$  и  $h$ , эмпирические значения которых определены в изученном интервале температур. Поведение кривых упрочнения сопоставлено с особенностями эволюции субструктуры поликристаллического титана на различных стадиях пластической деформации, которые обнаружены методами электронной и оптической микроскопии. Установлено наличие корреляций между отдельными стадиями упрочнения и формирующимися в процессе деформации структурными состояниями образцов. Обсуждена эффективность упрочнения поликристаллов титана субструктурами различного типа: ансамблем хаотически распределенных дислокаций, полосами переориентации и двойниками.

В інтервалі температур 10–373 К одержано діаграми розтягу фольги полікристалічного титану технічної чистоти та побудовано відповідні їм криві деформаційного зміцнення у координатах напруга – пластична деформація  $\sigma(\epsilon_p)$ . Показано, що криві зміцнення складаються з двох (при низьких температурах) або трьох (при високих температурах) фрагментів (стадій), які апроксимуються за допомогою рівняння  $\sigma = \text{const} + h\epsilon_p^n$  з постійними в межах стадії реологічними параметрами  $n$  і  $h$ , емпіричні значення яких визначено у вивченому інтервалі температур. Поведінку кривих зміцнення порівняно з особливостями еволюції субструктури полікристалічного титану на різних стадіях пластичної деформації, котрі виявлено методами електронної та оптичної мікроскопії. Встановлено наявність кореляцій між окремими стадіями зміцнення і структурними станами, які формуються у процесі деформації зразків. Обговорено ефективність зміцнення полікристалів титану субструктурами різного типу: ансамблем хаотично розподілених дислокацій, смугами переорієнтації та двійниками.

PACS: 62.20.Fe, 83.50.-v

### Введение

Поведение кривой упрочнения при пластической деформации кристаллов отражает эволюцию системы возникающих и взаимодействующих дислокаций. Два фактора — увеличение общей плот-

ности дислокаций и характер их распределения — лежат в основе явления деформационного упрочнения, определяют его скорость и уровень, а следовательно, и механические свойства за пределом текучести кристаллических материалов. Изменения структурного состояния образца в процессе

пластического течения, соответствующие конкретным механизмам деформационного упрочнения, обуславливают стадийный ход кривой напряжение — деформация  $\sigma(\varepsilon)$ , т.е. существование на ней нескольких протяженных участков с различными значениями скорости упрочнения  $d\sigma/d\varepsilon$ . Обычно стадийность ярко выражена для монокристаллов с синглетным скольжением.

В металлических поликристаллах четкой стадийности кривой напряжение — деформация в общем случае не прослеживается. Правда, в ряде металлов с ГЦК решеткой при отсутствии легкого скольжения линейные участки второй стадии кривых упрочнения монокристаллов и поликристаллов оказываются параллельными, а третьи стадии, изменяющиеся по параболическому закону, имеют сходный характер [1]. Поликристаллические образцы ОЦК железа также демонстрируют кривые упрочнения, подобные монокристаллам с (001) ориентацией. Кроме того, в обоих случаях ячеистая субструктура возникает после деформации растяжением более 0,03, когда плотность дислокаций составляет  $3 \cdot 10^9 \text{ см}^{-2}$  [2]. В связи с этим необходимо подчеркнуть, что формирующиеся дислокационные субструктуры и последовательность происходящих структурных изменений в отдельном зерне поликристаллического агрегата аналогичны наблюдаемым в монокристаллах. Применяв специальные методы анализа параболических деформационных кривых поликристаллов [3–7], удастся выявить стадийность, обусловленную сменой структурных состояний: от хаотически расположенных дислокаций до упорядоченных дислокационных образований — как разориентированных, так и неразориентированных [4–10].

Установление взаимосвязи между поведением параметров, входящих в уравнения, используемые для аппроксимации кривых напряжение — деформация, и закономерностями изменения субструктуры деформируемого образца является важным моментом для более глубокого понимания природы деформационного упрочнения. Отсутствие исследований эволюции микроструктуры вдоль деформационной кривой не позволяло большинству авторов дать убедительное обоснование стадийности деформационного упрочнения поликристаллов. Почерпнутые из литературных источников сведения о дислокационной структуре, привлекаемые для объяснения закономерностей деформационного упрочнения, часто интерпретируют без должной строгости, особенно в тех случаях, когда исследования проводят в достаточно широком интервале температур. Исключением в этом

отношении являются результаты, полученные для ряда поликристаллических ОЦК металлов и сплавов [7]. Поэтапное электронно-микроскопическое исследование дислокационной структуры образца при значениях деформаций, соответствующих определенным стадиям на диаграмме растяжения, позволило авторам установить соответствие между его структурным состоянием и стадийностью кривой упрочнения.

При анализе кривых напряжение — деформация поликристаллических ГПУ металлов IVA группы ( $\alpha$ -Ti и  $\alpha$ -Zr) было обнаружено [5,8–10], что наличие стадийности деформационного упрочнения (или ее отсутствие) зависит как от температуры деформации, так и от примесного состава данных металлов. В отсутствие систематических исследований, исходя лишь из общих сведений о дислокационных структурах, формирующихся в этих металлах, было высказано предположение, что наблюдаемые закономерности в изменении деформационного упрочнения обусловлены тем, насколько легко может происходить процесс поперечного скольжения дислокаций с образованием ячеистой субструктуры. Однако непосредственной взаимосвязи между стадийностью деформационного упрочнения и структурным состоянием образца не было установлено.

В последнее время нами проведено детальное электронно-микроскопическое исследование эволюции дислокационной структуры поликристаллического титана при деформации растяжением в интервале температур 4,2–373 К [11,12]. Знание субструктуры, формирующейся вдоль деформационной кривой, предоставляет возможность сопоставить характеристики субструктуры с поведением скорости упрочнения. В настоящей работе получены диаграммы растяжения фольги поликристаллического титана в интервале температур 10–373 К и построены соответствующие им кривые упрочнения в координатах истинное напряжение — истинная пластическая деформация. Специальная аналитическая обработка кривых упрочнения позволила выявить их стадийность и определить реологические параметры, характеризующие деформационное упрочнение в пределах отдельных стадий. Сопоставление кривых упрочнения с электронно-микроскопическими данными работ [11,12] выявило корреляции между отдельными стадиями упрочнения и формирующимися во время деформации структурными состояниями образца, что позволило установить эффективность упрочнения субструктурами различного типа.

### Методика и объект эксперимента

Исследован титан технической чистоты с концентрацией примесей внедрения, главным образом кислорода, около 0,2 ат. %. Эксперименты по растяжению со скоростью деформации  $\dot{\epsilon} = 2 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$  в интервале температур 10–373 К проводили на образцах из фольги длиной 30 мм, шириной 6 мм и толщиной 0,1 мм, вырезанных в направлении прокатки. После отжига образцов в течение 1 ч при температуре 1025 К в вакууме  $10^{-4}$  Па средний размер зерна был равен  $\sim 35$  мкм. Наличие текстуры рекристаллизации в отожженных образцах приводило к тому, что направление растяжения в большинстве зерен совпадало с направлением  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ , а базисная плоскость (0001) составляла угол  $\approx 25^\circ$  с плоскостью фольги.

Промежуточные температуры в интервалах 130–240 К и 10–77 К были получены продуванием азота или гелия соответственно через охватывающий образец душ Шарко и поддерживались с точностью 0,3 К.

Диаграммы деформирования при растяжении, регистрируемые в координатах нагрузка–время  $P(t)$ , с помощью компьютера перестраивали в координатах истинное напряжение–истинная деформация, учитывающих изменение в процессе деформации полной длины и поперечного сечения образцов. В области однородной деформации истинные деформации  $\epsilon$  и напряжения  $\sigma$  могут быть рассчитаны по формулам:  $\epsilon = \ln l/l_0 = \ln(1 + \delta)$  и  $\sigma = (P/s_0)(1 + \delta)$ , где  $l_0$  и  $l$  – начальная и текущая длина, а  $s_0$  – начальное значение площади поперечного сечения образца. Определенные таким образом деформация  $\epsilon$  и напряжение  $\sigma$  более адекватно отражают физику процесса деформационного упрочнения по сравнению с часто используемыми их условными значениями  $\delta = (l - l_0)/l_0$  и  $S = P/s_0$ .

Отметим, что для интерпретации скорости деформационного упрочнения в рамках дислокационной теории обычно используют зависимость  $\sigma(\epsilon_p)$ , где  $\epsilon_p$  – истинная пластическая деформация, которая может быть найдена из соотношения

$$\epsilon_p = \epsilon - \sigma/M; \quad (1)$$

здесь  $M$  – комбинированный модуль системы машина–образец (в нашем случае  $M \approx 25$  ГПа при уровне нагрузки до 750 Н). Различия между кривыми  $\sigma(\epsilon_p)$  и  $\sigma(\epsilon)$  можно увидеть, сопоставляя данные на рис. 1 и 3. Для определения значений скорости деформационного упрочнения  $\theta = d\sigma/d\epsilon_p$  после построения кривых упрочнения  $\sigma(\epsilon_p)$  при различных значениях температуры эксперимента производили их дифференцирование вдоль каж-

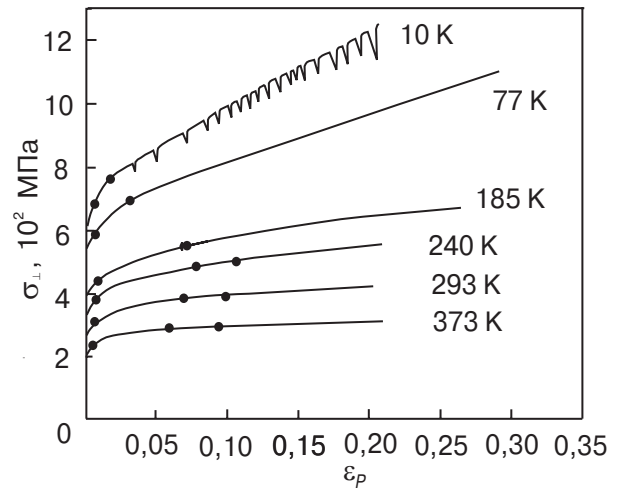


Рис. 1. Кривые деформационного упрочнения поликристаллического титана (фольга) при различных температурах:  $\epsilon_p$  – истинная пластическая деформация,  $\sigma$  – истинное деформирующее напряжение; границы стадий (●).

дой кривой. При 10 К деформационная кривая для  $\epsilon_p > 0,04$  приобретает пилообразную форму, отражая скачкообразный характер пластического течения титана (см. рис.1), поэтому производную  $\theta = d\sigma/d\epsilon_p$  для этого случая определяли по огибающей скачки кривой.

Дислокационная теория пластического течения позволяет представить деформирующее напряжение  $\sigma$  в виде суммы эффективного и внутреннего напряжений:  $\sigma = \sigma^* + \sigma_i$ . Эмпирические оценки эффективного  $\sigma^*$  и внутреннего  $\sigma_i$  напряжений были получены несколькими методами отдельно при измерениях скоростной чувствительности деформирующего напряжения  $\Delta\sigma/\Delta \ln \dot{\epsilon}$  и глубины релаксации напряжения [13–15].

Дислокационную субструктуру деформированных образцов изучали на микроскопе ЭМ-200 при ускоряющем напряжении 175 кВ с использованием «самонесущих» тонких фольг для просвечивающей электронной микроскопии, приготовленных методом двойной струйной электрополировки. При исследовании двойниковой микроструктуры использовали оптическую микроскопию.

### Результаты и их обсуждение

На рис. 1 приведены деформационные диаграммы: истинное напряжение–истинная пластическая деформация  $\sigma(\epsilon_p)$ , полученные при растяжении образцов исследуемого титана в интервале температур 10–373 К. Исследования микроструктуры [11,12] (см. ниже) свидетельствуют о формировании различных субструктур на разных этапах пластической деформации. Вместе с тем на зависи-

мостях  $\sigma(\epsilon_p)$ , приведенных на рис. 1, в явном виде не выделены те участки, которые соответствуют различным структурным состояниям. Границы между такими участками (стадиями) выявляются только путем представления в специальных координатах зависимостей от деформации  $\epsilon_p$  скорости упрочнения  $\theta(\epsilon_p) = d\sigma(\epsilon_p)/d\epsilon_p$  или второй производной  $d^2\sigma/d\epsilon_p^2$ .

Для аналитической аппроксимации кривых упрочнения  $\sigma(\epsilon_p)$  поликристаллов применяются различные соотношения [6]. Чаще всего используются простые параболические аппроксимации для отдельных фрагментов (стадий) кривой упрочнения. Например, для некоторых стадий можно воспользоваться уравнением Людвига:

$$\sigma = \text{const} + h\epsilon_p^n, \quad (2)$$

где  $h$  и  $n$  – реологические параметры материала, которые в пределах соответствующей стадии во многих случаях остаются постоянными:  $h$  характеризует скорость упрочнения, а  $n$  называется показателем упрочнения.

Уравнение (2) 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 знаков этих параметров; особую роль как индикатор стадийности играет показатель упрочнения  $n$ .

Эмпирические значения параметров в уравнении Людвига (2) для трех стадий деформационного упрочнения поликристаллического титана.

T, К	Стадия I				Стадия II				Стадия III			
	$\sigma_1$ , МПа	$\epsilon_1$	$n_1$	$h_1$ , МПа	$\sigma_2$ , МПа	$\epsilon_2$	$n_2$	$h_2$ , МПа	$\sigma_3$ , МПа	$\epsilon_3$	$n_3$	$h_3$ , МПа
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
240	380	0,006	0,46	480	510	0,08	- 0,6	- 37	530	0,115	1,0	560
185	440	0,006	0,47	460	-	-	-	-	550	0,07	0,95	910
77	600	0,006	0,45	560	-	-	-	-	700	0,035	0,96	1560
10	700	0,006	0,43	520	-	-	-	-	760	0,013	0,95	2790

Примечание: при  $T < 190$  К переходная стадия II отсутствует.

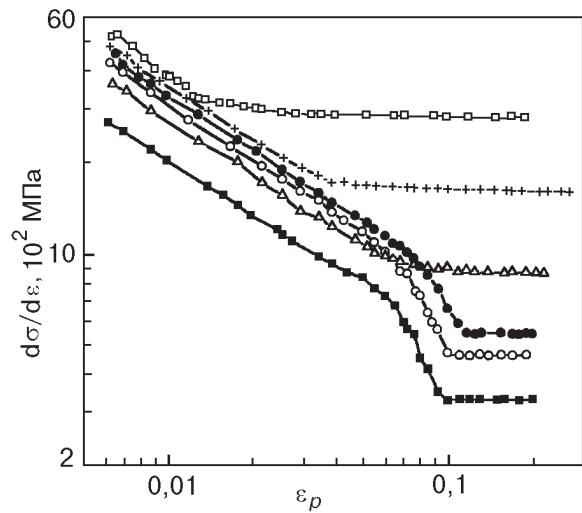


Рис. 2. Зависимости скорости деформационного упрочнения от истинной пластической деформации для поликристаллического титана при различных температурах деформирования  $T$ , К: 10 (□); 77 (+); 185 (△); 240 (●); 293 (○) и 373 (■).

Для выявления стадийности, зарегистрированной в наших экспериментах (рис. 1), кривые упрочнения были численно продифференцированы и перестроены в двойных логарифмических координатах  $\lg(d\sigma/d\epsilon_p) - \lg \epsilon_p$  (так называемые графики Крусса – Жауля). В результате такой операции плавные кривые упрочнения  $\sigma(\epsilon_p)$  преобразуются в ломаные линии (рис. 2), состоящие из нескольких прямолинейных отрезков с различными значениями угла наклона. Рисунок 2 иллюстрирует в явном виде стадийность деформационного упроч-

Таблица

нения поликристаллического титана: кривые упрочнения  $\sigma(\epsilon_p)$  состоят из двух или трех (в зависимости от температуры деформирования) стадий, каждая из которых описывается уравнением (2) или соответствующим ему уравнением:

$$\lg(d\sigma/d\epsilon_p)_v = \lg(h_v n_v) + (n_v - 1) \lg \epsilon_p, \quad (3)$$

где индекс  $v = 1, 2, 3$  обозначает номер отдельной стадии. Сопоставляя рис. 1 и 2 с уравнением (3), легко найти эмпирические значения реологических параметров  $h_v$  и  $n_v$  для каждой отдельной стадии ( $v = 1, 2, 3$ ), а также значения критических деформаций  $\epsilon_v$  и напряжений  $\sigma_v$ , выше которых субструктура, возникшая на стадии  $v - 1$ , становится неустойчивой и происходит ее перестройка. Значения деформации  $\epsilon_v$  соответствуют изломам кривых на рис. 2 и позволяют с помощью данных на рис. 1 находить значения  $\sigma_v$ . Величины параметров  $n_v - 1$  и  $\lg(n_v h_v)$  определяются коэффициентами уравнений прямолинейных отрезков на рис. 2. Полный набор найденных значений реологических параметров поликристаллического титана для всех выявленных стадий деформационного упрочнения приведен в таблице.

Еще раз отметим, что скорость деформационного упрочнения  $\theta = d\sigma/d\epsilon_p$  в случае параболической кривой  $\sigma(\epsilon_p)$  непрерывно изменяется с ростом пластической деформации, но параметры  $h_v$  и  $n_v$  остаются постоянными на достаточно протяженных участках кривых упрочнения, которые в определенном смысле можно интерпретировать как области однородного упрочнения.

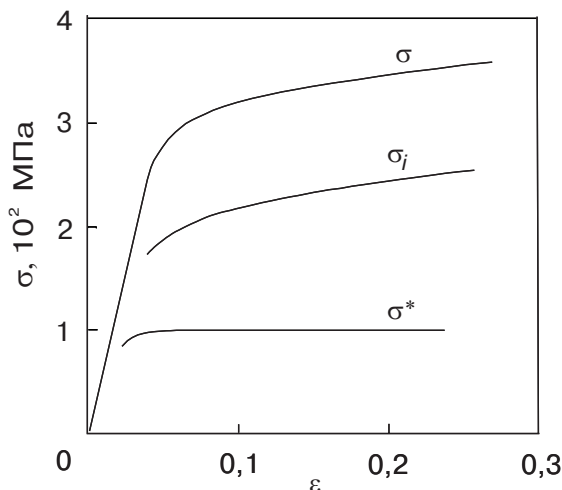


Рис. 3. Изменение термической  $\sigma^*$  и атермической  $\sigma_i$  составляющих деформирующего напряжения  $\sigma$  при увеличении деформации, зарегистрированные при растяжении поликристаллического титана при комнатной температуре.

Отдельно следует отметить, что все кривые упрочнения  $\sigma(\epsilon_p)$ , показанные на рис.1, содержат также начальные стадии:

$$\sigma = \sigma_0 + \sigma^{(0)}(\epsilon_p), \quad \epsilon_p < \epsilon_1, \quad (4)$$

где  $\sigma_0$  — предел упругости (пропорциональности), а  $\sigma^{(0)}(\epsilon_p)$  — некоторая функция, описывающая стадию перехода от микропластической к макропластической деформации. На этой стадии скорость пластической деформации  $\dot{\epsilon}_p$  возрастает

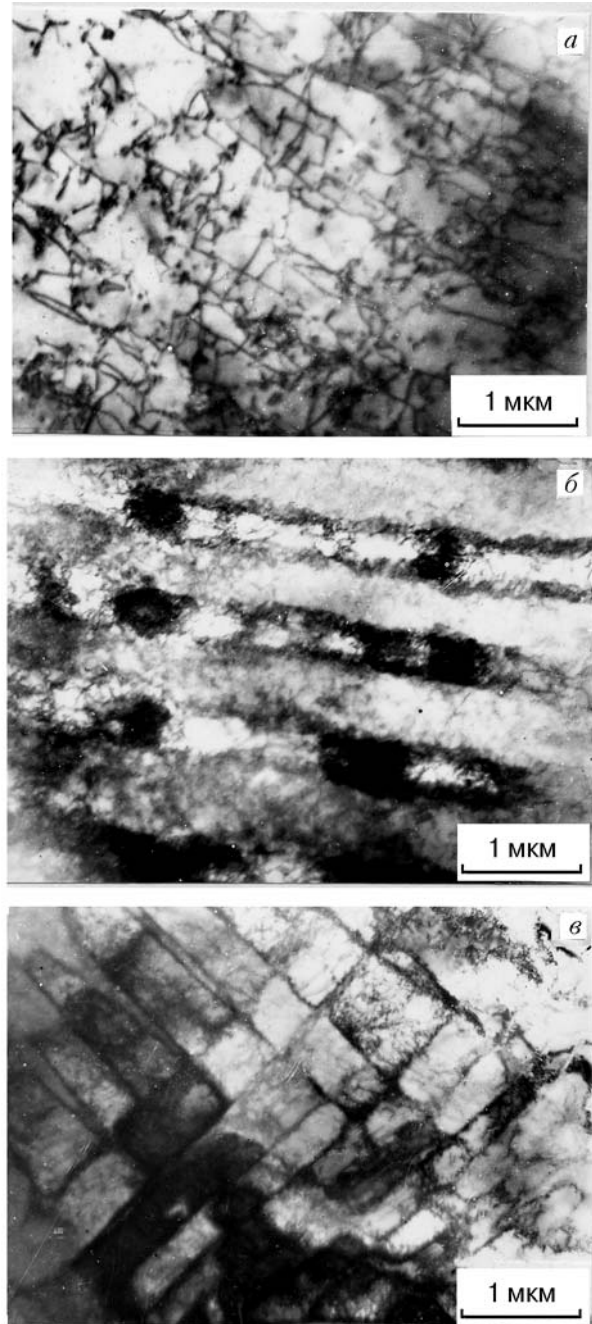


Рис. 4. Дислокационная субструктура титана после деформаций  $\epsilon_p$ : 0,025 (а), 0,15 (б) и 0,17 (в) при  $T = 293$  К.

от нулевого значения на пределе упругости до величины скорости деформации, задаваемой испытательной машиной. В области хорошо развитой пластической деформации  $\varepsilon_p > \varepsilon_1$  кривые упрочнения согласно уравнению (3) можно аппроксимировать кусочно-непрерывной функцией, состоящей из последовательности  $v = 1, 2, 3$  фрагментов типа уравнения Людвига (2). Отдельный фрагмент с номером  $v$  описывается уравнением

$$\sigma^{(v)}(\varepsilon_p) = \sigma_v + h_v(\varepsilon_p^{n_v} - \varepsilon_v^{n_v}),$$

$$\varepsilon_v < \varepsilon_p < \varepsilon_{v+1}. \quad (5)$$

Как отмечалось выше, деформирующее напряжение  $\sigma$  может быть представлено суммой двух составляющих:  $\sigma = \sigma^* + \sigma_i$ , где  $\sigma^*$  — эффективное напряжение, которое зависит от температуры, скорости деформации и химического состава (содержания примесей внедрения в случае титана [13]), а  $\sigma_i$  — характерная величина дальнедействующих внутренних напряжений, которая в основном определяется только субструктурным состоянием образца. На рис. 3 в качестве примера приведены данные, полученные при измерениях  $\sigma^*$  и  $\sigma_i$  вдоль деформационной кривой  $\sigma(\varepsilon)$  исследуемого титана, для температуры деформирования 293 К. Установлено, что термическая составляющая  $\sigma^*$  не зависит от степени деформации при  $\varepsilon_p \geq 0,005$ . Аналогичный результат для поликристаллического титана ранее был получен в [16]. Это означает, что деформационное упрочнение, обусловленное эволюцией структурного состояния образца в процессе пластической деформации, оказывает влияние только на величину внутреннего напряжения  $\sigma_i$ . Таким образом, приращения деформирующего напряжения  $\Delta\sigma = h\varepsilon_p^n$  в правой части уравнений (2) или (5) в нашем случае имеют смысл субструктурного упрочнения на отдельных стадиях вдоль диаграммы растяжения. Учитывая вышесказанное, анализ стадийного характера изменения деформационного упрочнения и его сопоставление с формирующейся дислокационной субструктурой корректно проводить для деформаций  $\varepsilon_p > \varepsilon_1 \cong 0,005$ .

Для выяснения физического смысла приведенных в таблице реологических параметров сопоставим их с результатами поэтапного исследования субструктур, формирующихся вдоль деформационной кривой. Согласно данным электронно-микроскопических исследований на просвет (ПЭМ исследования) [11,12] на начальном этапе деформации в поликристаллическом титане при всех изученных температурах формируется неупо-

рядоченная субструктура, которая состоит из хаотически расположенных так называемых компенсированных дислокаций (рис. 4,а). Это дислокации разного знака с взаимно компенсированным (равным нулю) суммарным вектором Бюргерса, которые вследствие остановки на препятствиях различного рода накапливаются в объеме статистически (случайно). Скалярная плотность таких дислокаций  $\rho$  увеличивается пропорционально степени пластической деформации  $\varepsilon_p$

$$\rho - \rho_0 = A\varepsilon_p, \quad (6)$$

где  $\rho_0$  — начальная плотность дислокаций, а коэффициент пропорциональности  $A$  при температуре деформирования 293 К  $\approx 1,7 \cdot 10^{11} \text{ см}^{-2}$  [17]. Данному субструктурному состоянию наших образцов соответствуют участки деформационных кривых, которые на графиках  $\lg(d\sigma/d\varepsilon_p) - \lg \varepsilon_p$  (рис. 2) аппроксимируются отрезками прямых с  $n_1 \approx 0,5$  (стадия I). В этом случае уравнение (2) вытекает из дислокационной теории деформационного упрочнения Тэйлора [18], согласно которой приращение деформирующего напряжения на начальной стадии хорошо развитого пластического течения описывается соотношением

$$\Delta\sigma = \alpha Gb(\rho - \rho_0)^{1/2}, \quad (7)$$

где  $b$  — вектор Бюргерса,  $G$  — модуль сдвига и  $\alpha$  — коэффициент, который обычно принимается близким к единице. Отметим, что значение  $\alpha \approx 1$  следует из теоретического анализа амплитуды внутренних напряжений как для компланарных, так и случайно распределенных дислокаций «леса» [19,20]. Из (6) и (7) следует параболическая зависимость между истинным напряжением и истинной пластической деформацией на первой стадии ( $n_1 \approx 0,5$ ):

$$\sigma(\varepsilon_p) = \sigma_1 + h_1\varepsilon_p^{1/2}. \quad (8)$$

Из соотношений (6)–(8) получаем соотношение, которое связывает реологический параметр  $h_1$  с коэффициентом  $A$ :

$$h_1 = \alpha GbA^{1/2}. \quad (9)$$

Используя значения коэффициента  $A$  и параметра  $h_1$  (см. таблицу), находим из (9) при  $T = 293 \text{ К}$  для нашего случая  $\alpha \approx 0,9$ . Полученное значение коэффициента  $\alpha$  указывает на справедливость трактовки упрочнения на стадии I как результата междислокационного взаимодействия. Таким образом, параметр  $h_i$  приобретает конкретный физический смысл: он характеризует интенсивность накопления дислокаций в процессе пластической деформации.

Согласно обнаруженным закономерностям в поведении показателя упрочнения  $n$ , отражающим последовательность предполагаемого изменения механизмов упрочнения вдоль кривой  $\sigma(\epsilon_p)$ , исследованный интервал температур следует разбить на два, разделенных температурой  $T_h \approx 190$  К. При  $T < T_h$  стадия I ( $n_1 \approx 0,5$ ) практически сразу же сменяется стадией III ( $n_3 \approx 1$ ). При  $T > T_h$  между стадиями параболического ( $n_1 \approx 0,5$ ) и линейного ( $n_3 = 1$ ) упрочнения, каждая из которых предсказывается дислокационными теориями упрочнения, существует переходная стадия II с отрицательными значениями параметров  $h_2 < 0$  и  $n_2 < 0$  (интервал деформаций  $\epsilon_p \approx 0,06-0,08$ ). Естественно, что эти значения реологических параметров отражают другую физику деформационного упрочнения на переходной стадии. В связи с наличием характерной температуры  $T_h$  целесообразно дальнейший анализ взаимосвязи между структурным состоянием образца и параметрами упрочнения провести отдельно для высоких ( $T > T_h$ ) и низких ( $T < T_h$ ) значений температуры деформирования.

В области температур 240–373 К плотность упорядоченных краевых и винтовых дислокаций в титане приблизительно одинаковая, что косвенно указывает на относительно равную вероятность зарождения дислокаций как в объеме зерна (внутренние источники), так и на его границе (поверхностные источники). Как показано нами в [21], данное обстоятельство является следствием приблизительно одинаковой подвижности краевой и винтовой компонент дислокационной петли при этих температурах. Вблизи границ зерен плотность дислокаций несколько выше. При достижении деформаций  $\epsilon_p \geq 0,04$  на фоне хаотической сетки дислокаций в результате процессов их самоорганизации появля-

ются малоугловые (с разориентацией до  $10^\circ$ ) полосовые элементы субструктуры мезоскопического масштаба (порядка нескольких мкм) — так называемые дислокационные полосы переориентации (ПП). На рис. 4,б,в показаны ПП с выделенными субструктурными элементами при реализации одной системы скольжения (рис. 4,б), а на рис. 4,в — в случае активации двух эквивалентных систем скольжения. Их зарождение и развитие становится возможным только при выполнении ряда условий [22]. Одним из них является возникновение достаточно больших поворотных напряжений и их градиентов, что обычно быстрее происходит вблизи стыков границ зерен. Другое условие — достижение критической плотности подвижных дислокаций ( $\rho_{cr} \approx 10^9-10^{10} \text{ см}^{-2}$ ) определенного типа, из которых строятся стенки полос переориентации: в нашем случае это краевые  $a$ -дислокации. Появление ПП означает переход процесса деформации от стадии трансляционного (ламинарного) пластического течения к стадии, когда наряду с сохраняющимся трансляционным скольжением индивидуальных дислокаций появляется ротационное (турбулентное) движение больших дислокационных ансамблей (рис. 4,б,в).

На рис. 5 представлены зависимости удельного объема  $\beta$ , занимаемого ПП, от деформации для разных температур. Ниже  $T = 135$  К полосы переориентации не наблюдались. Сравнение данных на рис. 2 и 5, а также приведенных в таблице, показывает, что для температур 240–373 К переходная стадия на графиках  $\lg(d\sigma/d\epsilon_p) - \lg \epsilon_p$  с отрицательными значениями параметров упрочнения  $n_2$  и  $h_2$  отвечает возникновению и быстрому росту объемной доли ПП (интервал деформаций  $\epsilon_p \approx 0,04-0,1$ ), т. е. перестройке предыдущей дислокационной структуры (вследствие ее неустойчивости) в энергетически более выгодное состояние. В результате такой перестройки и появляются упорядоченные дислокационные конфигурации — ПП, объемная доля которых достигает 30–60 %. При дальнейшем увеличении деформации значение  $\beta$  практически не изменяется. Доля зерен, в которых наблюдаются ПП, возрастает от 50 до 90 % при повышении температуры от 240 до 373 К. Одновременно растет и внутризеренный удельный объем, занятый ПП. Таким образом, при больших степенях деформации полосы переориентации становятся основным элементом субструктуры, который определяет параметры кривой упрочнения. При любых температурах деформирования значения деформаций  $\epsilon_2$  (см. таблицу), при которых проявляется влияние полос переориентации на стадийность кривых  $\sigma(\epsilon_p)$ , соответствуют моменту,

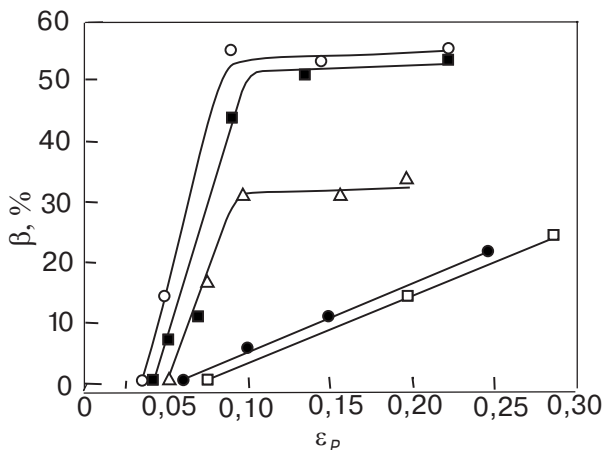


Рис. 5. Зависимость удельного объема  $\beta$ , занимаемого полосами переориентации, от деформации  $\epsilon_p$  при разных температурах  $T$ , К: 160 (□); 185 (●); 240(△); 293 (■) и 373 (○).

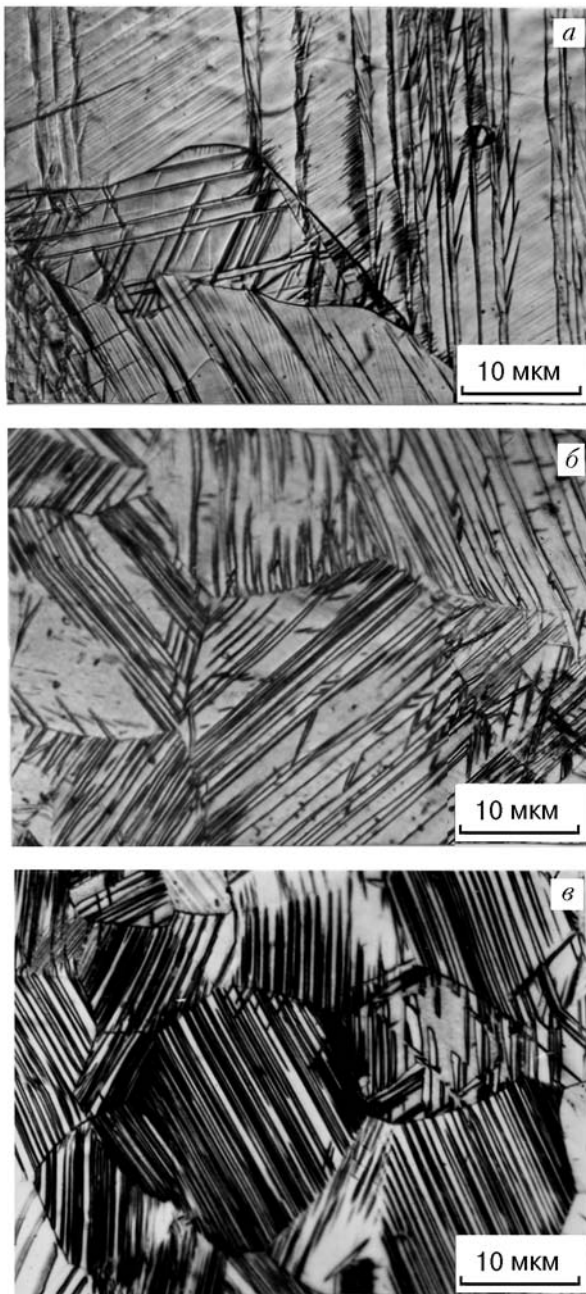


Рис. 6. Двойниковая микроструктура титана, деформированного при  $T = 77$  К,  $\varepsilon_p = 0,025$ (а) и  $0,15$ (б) и при  $T = 10$  К,  $\varepsilon_p = 0,11$ (в).

когда их удельный объем  $\beta$  в образцах достигает приблизительно 20 % (рис. 5). Концу переходной стадии II (или началу стадии III) отвечают деформации  $\varepsilon_3$ , когда рост удельного объема ПП выходит на насыщение.

Отрицательные значения параметров  $n$  и  $h$  ранее наблюдали для Fe [4] и Zr [9] при анализе кривых напряжение – деформация с использованием метода Крусса – Жауля. Эту особенность объясняли динамическим возвратом за счет поперечного

скольжения дислокаций при образовании ячеистой структуры. Низкие температуры деформирования в нашем случае исключают вероятность проявления этого эффекта (см. [9]). Полученные результаты исследований с использованием ПЭМ свидетельствуют о том, что в области деформаций, отвечающих переходной стадии, в результате быстрой перестройки дислокационной структуры 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 первой стадии (см. уравнение (8)). Происходящее изменение характера дислокационной субструктуры вызывает изменение механизма деформационного упрочнения. Таким образом, полученные отрицательные значения параметров  $h_2$  и  $n_2$  являются отражением динамического процесса, связанного с трансформацией характера пластической деформации от чисто трансляционной к преимущественно ротационной.

При деформациях  $\varepsilon_p \geq 0,1$  увеличение объемной доли  $\beta$ -полос переориентации прекращается. В дальнейшем происходит увеличение плотности дислокаций главным образом в стенках ПП, что приводит к увеличению разворота смежных микрообластей. Эти значения деформации совпадают с началом стадии III (таблица), т.е. стадии линейного упрочнения, когда параметр  $n_3$  в соотношениях (3) и (5) близок к единице. Характер субструктуры, формирующейся в титане на этой стадии, в принципе сопоставим с теми ее типами (в определенной степени разориентированные упорядоченные дислокационные образования), которые рассматриваются в теоретических моделях механизмов линейного упрочнения [23].

При уменьшении температуры ( $T < 200$  К) подвижность краевых дислокаций становится гораздо выше подвижности винтовых. Увеличение плотности дислокаций с деформацией происходит в основном за счет накопления их винтовых компонент. Такое изменение в динамике дислокаций приводит к увеличению критической деформации возникновения ПП при понижении температуры (см. рис. 5), что связано с более медленным накоплением критической плотности краевых дислокаций, из которых строятся стенки ПП. Зависимости  $\beta(\varepsilon_p)$  для температур 160 и 185 К качественно другие, чем при более высоких температурах [12]. Во всем интервале  $\varepsilon$  объемная доля ПП увеличивается пропорционально деформации, но гораздо медленнее. Даже при самых высоких де-



формациях она не превышает 20 %, при этом начинает активизироваться процесс деформации двойникованием.

При  $T < 190$  К стадия II отсутствует, и стадия I на графиках  $\lg(d\sigma/d\varepsilon_p) - \lg \varepsilon_p$  практически сразу же сменяется стадией III. При этом, чем ниже температура, тем меньше критическая деформация  $\varepsilon_3$  начала стадии III и переход между стадиями более резкий. Учитывая, что двухстадийность кривых упрочнения означает изменение механизма структурной эволюции, сопоставим параметры, характеризующие эти стадии, с результатами исследования микроструктуры.

При деформациях, отвечающих стадии I ( $\varepsilon_p \leq 0,03-0,06$  в интервале 77–185 К), ПП отсутствуют (см. рис. 5) и основным элементом субструктуры являются преимущественно прямолинейные отрезки винтовых дислокаций, составляющие полосы скольжения, развитие которых часто ограничено пространством между двойниками (рис. 6,а). Объемная часть двойников при этих деформациях не превышает 0,05. Значение параметра  $n_1 \approx 0,5$  на этой стадии также указывает на то, что при формирующемся типе субструктуры упрочнение обусловлено увеличением плотности дислокаций, не локализованных в упорядоченных субструктурных образованиях. Обращает на себя внимание более низкое значение скорости деформационного упрочнения на стадии I при 185 К по сравнению с температурами 240 и 293 К, что не совпадает с общей тенденцией повышения скорости упрочнения  $\theta = d\sigma/d\varepsilon_p$  при понижении температуры. Этот факт указывает на то, что эффект деформационного упрочнения, вызываемый однородно распределенными прямолинейными отрезками винтовых дислокаций (планарная дислокационная субструктура), является меньшим по сравнению с упрочнением, обусловленным субструктурой, состоящей из хаотически расположенных в приблизительно одинаковом количестве винтовых и краевых дислокаций. При дальнейшем понижении температуры от 77 до 10 К плотность двойников заметно увеличивается. Поэтому уменьшение критической деформации  $\varepsilon_3$  начала стадии III можно рассматривать как следствие активизирующегося двойникования.

Как было отмечено выше, при 10 К в области деформаций, отвечающих стадии III, пластическое течение становится прерывистым (или скачкообразным). «Мгновенное» приращение деформации в этом случае проявляется в виде узкой локализованной полосы сдвига на широкой грани образца (ленты), расположенной под углом  $\approx 50^\circ$  к оси растяжения. Относительная деформация в

зоне локализованной полосы составляла  $\approx 0,005$  для первых двух сбросов нагрузки и приблизительно 0,013 — для последних. Относительная величина скачка напряжения  $\Delta\sigma_{\text{сер}}/\sigma$  при этом увеличивалась от 5 до 11 %. Наличие существенной неоднородной пластической деформации не влияет на анализируемые в работе параметры упрочнения  $n$  и  $h$ , которые на данной стадии практически не зависят от степени деформации.

Микроструктура образца на стадии III характеризуется высокой плотностью двойников (рис. 6,б,в) и прямолинейными отрезками винтовых дислокаций между ними. Очень развито вторичное двойникование. Деформация в аккомодационной зоне на границе двойник — матрица осуществляется исключительно вторичным двойникованием. Релаксация локальных внутренних напряжений, возникающих в местах пересечения двойников и в самой двойниковой прослойке, при взаимодействии двойника с границей зерна и т. п., также происходит за счет вторичного двойникования. При этих температурах двойникование обеспечивает до 30–40 % удлинения образца при растяжении. Из графиков  $\lg(d\sigma/d\varepsilon_p) - \lg \varepsilon_p$  (рис. 2) видно, что такая эволюция микроструктуры образца отвечает практически линейному характеру упрочнения ( $n_3 \approx 1$ ). Этот результат согласуется с полученными ранее данными [5,24] для поликристаллического титана, деформированного при 77 К.

### Заключение

Кривые напряжение — пластическая деформация  $\sigma(\varepsilon_p)$  поликристаллического титана (фольга толщиной 0,1 мм), зарегистрированные в интервале температур 10–373 К, проанализированы на основе аналитической аппроксимации  $\sigma = \text{const} + h\varepsilon_p^n$ , используя графики  $\lg(d\sigma/d\varepsilon_p) - \lg \varepsilon_p$ . Показано, что низкотемпературное деформационное упрочнение поликристаллического титана многостадийно. Найдена связь между параметрами упрочнения  $n$  и  $h$  для каждой стадии и субструктурой, формирующейся в образце в процессе деформации.

Анализ показал, что исследованный интервал температур можно разбить на две части, разделенные температурой  $T_h \approx 190$  К. При  $T > T_h$  для стадии I  $n_1 \approx 0,5$  — это является следствием упрочнения за счет увеличения плотности хаотически распределенных краевых и винтовых дислокаций ( $\Delta\sigma \sim (\Delta\rho)^{1/2}$ ). При увеличении деформации достигается критическая плотность краевых дислокаций, хаотическая субструктура теряет устойчивость и образуются упорядоченные дислокационные конфигурации — полосы переориентации (ПП): этой стадии II отвечают отрицательные значения

параметров  $n_2$  и  $h_2$ . Резкое уменьшение скорости деформационного упрочнения на этой стадии является следствием резкого падения плотности дислокаций в пространстве между стенками ПП. В дальнейшем объемная доля ПП, которые становятся основным элементом субструктуры, приближается к насыщению, и начинается стадия III, для которой упрочнение имеет линейный характер:  $n_3 = 1$  и  $h_3 > 0$ . Для этой стадии характерно появление заметного количества механических двойников, однако их объемная доля и влияние на упрочнение незначительное.

При низких температурах  $T < T_h$  упрочнение на стадии I определяется увеличением плотности прямолинейных отрезков винтовых дислокаций, стадия II отсутствует, а на стадии III превалирует сильно активизирующееся механическое двойникование.

Авторы выражают благодарность В. З Бенгусу за обсуждение особенностей диаграмм деформированного поликристаллического титана и С. Н. Смирнову за полезную дискуссию по проблеме деформационного упрочнения. Работа частично поддержана INTAS (грант № 99-01741).

1. Р. Хоникомб, *Пластическая деформация металлов*, Мир, Москва (1972).
2. A. S. Keh, *Phil. Mag.* **12**, 9 (1967).
3. C. Crussard and B. Jaoul, *Rev. Met. Paris* **8**, 589 (1950).
4. S. N. Monteiro and R. E. Reed-Hill, *Metallurg. Trans.* **2**, 2947 (1971).
5. S. N. Monteiro and R. E. Reed-Hill, *Metallurg. Trans.* **4**, 1011 (1973).
6. H. J. Kleemola and M. A. Nieminen, *Metallurg. Trans.* **5**, 1863 (1974).
7. В. И. Трефилов, В. Ф. Моисеев, Э. П. Печковский, И. Д. Горная, А. Д. Васильев, *Деформационное упрочнение и разрушение поликристаллических металлов*, Наукова думка, Киев (1989), с.256.
8. V. S. Arunachalam, S. Pattanaik, S. N. Monteiro, and R. E. Reed-Hill, *Metallurg. Trans.* **3**, 1009 (1972).
9. S. L. Mannan and P. Rodriguez, *Trans. Indian Inst. Met.* № 6, 49 (1973).
10. V. A. Moskalenko, V. N. Kovaleva, A. R. Smirnov, and V. I. Startsev, *Adv. Cryogenics Eng. Mater.* **26**, 102 (1980).
11. A. R. Smirnov and V.A. Moskalenko, *Phys. Metals Metalogr.* **66**, 162 (1988).
12. V. A. Moskalenko and A. R. Smirnov, *Mater. Sci. Eng.* **A246**, 282 (1998).
13. V. N. Kovaleva, V. A. Moskalenko, and V. D. Natsik, *Phil. Mag.* **70**, 423 (1994).

14. J. C. V. Li., *Can. J. Phys.* **45**, 493 (1967).
15. S. R. Mc. Ewen, O. A. Kupcis, and B. Ramaswami, *Scripta Met.* **3**, 441 (1969).
16. G. Baur and P. J. Lehr, *Less-Common. Met.* **69**, 203 (1980).
17. C. Biswas, M. Cohen, and J. F. Breedis, *The Microstructure and Design of Alloys, Proc. Third Int. Conf. on Strength of Metals and Alloys*, August 20–25, 1973 **1**, Cambridge, England. (1973), p. 16.
18. G. I. Taylor, *Proc. R. Soc.* **A145**, 362 (1934).
19. Б. М. Струнин, *ФТТ* **9**, 805 (1967).
20. А. А. Алексеев, *Проблемы прочности* **4**, 62 (1972).
21. V. N. Kovaleva, V. A. Moskalenko, and V. I. Startsev, *Fiz. Met. Metaloved.* **52**, 391 (1981).
22. A. E. Romanov and V. A. Vladimirov, *Dislocations in Solids*, North Holland, Amsterdam (1992).
23. Ф.Р.Н. Набарро, З. С. Базинский, Д. В. Холт, *Пластичность чистых монокристаллов*, Металлургия, Москва (1967).
24. M. K. Keshavan, G. Sargent, and H. Conrad, *Metallurg. Trans.* **6A**, 1291 (1975).

#### Staged work hardening of polycrystalline titanium at low temperatures and its relation to substructure evolution

V. A. Moskalenko, A. R. Smirnov, V. N. Kovaleva, and V. D. Natsik

The tensile test diagrams for the polycrystalline commercial titanium foil are obtained in the temperature range of 10 to 373 K, and the corresponding stress-strain curves  $\sigma(\epsilon_p)$  are plotted. It is shown that these curves consist of two (low temperatures) or three (high temperatures) stages that are approximated by the expression  $\sigma = \text{const} + h\epsilon_p^n$  with the constant (within the stages) values of rheology parameters  $n$  and  $h$ . The empirical values of these parameters are estimated for each of the stages in the temperature range studied. The curves behavior is compared to the specific features of the polycrystalline titanium substructure evolution at different stages of plastic strain revealed by electronic and optical microscopy techniques. It is found that separate stages of work hardening are correlated with the structural states of the samples formed during deformation. The efficiency of hardening of the titanium polycrystals by different substructures (randomly distributed dislocation ensembles, reorientation bands, twins) is considered.