

## О механизме деформации субмикроструктурного титана

© М.М. Мышляев, С.Ю. Миронов\*

Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук,  
119911 Москва, Россия

\* Институт проблем сверхпластичности металлов Российской академии наук,  
450001 Уфа, Россия

(Поступила в Редакцию 22 мая 2001 г.  
В окончательной редакции 27 августа 2001 г.)

Исследованы механическое поведение и эволюция структуры в ходе деформации при комнатной температуре субмикроструктурного титана. Проведен анализ вероятных механизмов деформации. Установлено, что процессом, обеспечивающим пластическое течение, является движение дислокаций внутри зерен.

Нано- и субмикроструктурные материалы, довольно интенсивно исследуемые в последнее время, представляют интерес как с научной, так и с практической точки зрения. Научный интерес к ним связан, в частности, с гипотезой о возможном изменении действующего механизма деформации при достижении указанных размеров. Данная гипотеза основана на том, что при достаточно малом размере зерен число атомов, находящихся в них, будет сопоставимо с числом атомов, находящихся в их границах, и на свойства материала будет оказывать существенное влияние "зернограничная фаза", а возможно, она будет и определять свойства.

Одна из первых работ в этой области [1], в которой было обнаружено значительное увеличение скорости диффузионной ползучести меди и палладия при переводе их в нанокристаллическое состояние, не получила дальнейшего экспериментального подтверждения [2]. Обнаруженное в [2–6] выполнение соотношения Холла–Петча при очень малом размере зерна ставит под сомнение указанную выше гипотезу. Но в то же время ряд работ, появившихся в последнее время, свидетельствует либо о необходимости существенного изменения дислокационной теории деформации при очень малом размере кристаллитов [7], либо о преобладании диффузионной ползучести Кобле [8,9] или зернограничного проскальзывания (ЗГП) [10] в качестве основного механизма деформации таких материалов.

Незначительное количество, а также противоречивость экспериментальных данных о свойствах таких материалов требуют проведения дальнейших исследований. Поэтому в данной работе предпринята попытка анализа вероятных механизмов деформации субмикроструктурных (СМК) материалов на примере технически чистого титана со средним размером зерен 0.4–0.6  $\mu\text{m}$ .

### 1. Материал и экспериментальные методики

Для исследований использовался технически чистый титан ВТ1-00. Содержание примесей (wt.%) составляло: Al ~ 0.443, Fe ~ 0.0965, N ~ 0.073, O ~ 0.068, C ~ 0.0385.

СМК-состояние было получено посредством больших пластических деформаций на универсальной испытатель-

ной машине EU-100 с постоянной сменой оси деформации по методике, изложенной в [11]. Средний размер зерен после такой обработки составил 0.4–0.6  $\mu\text{m}$ . Из центральной части полученных заготовок были вырезаны образцы электроискровым способом.

Для получения СМК-структуры, свободной от избыточной плотности дислокаций, а также состояний с разными размерами зерен образцы были подвергнуты отжигам. Температура отжига варьировалась от 425 до 800°C, а время — от 0.33 до 20 h. В результате был получен набор состояний со средними величинами зерен от 0.4 до 58  $\mu\text{m}$ .

Механические испытания на растяжение и растяжение с релаксацией напряжений проводились при комнатной температуре и скорости деформирования 1 mm/min на испытательной машине "Shenck trebel". Все эксперименты выполнялись с использованием экстензометра, база которого оставляла 15 mm. Исследовались плоские образцы с размером рабочей части 18 × 3.5 × 1.5 mm. Перед испытаниями все образцы отжигались.

Для построения диаграмм "истинные напряжения — истинная деформация" ( $S-\varphi$ ) процесс растяжения части образцов периодически прерывался для измерений минимальной площади поперечного сечения, которые проводились при помощи штангенциркуля. Образцы в это время находились в захватах при постоянной нагрузке. После проведения каждого измерения процесс растяжения возобновлялся вплоть до разрушения образца. Определение минимальной площади поперечного сечения образца позволило вычислить истинные напряжения  $S$  и деформацию  $\varphi$  на различных этапах деформации.

Измерения микротвердости осуществлялись на приборе ПМТ-3М с использованием пирамидального индентора Виккерса при нагрузке 100 g и выдержке в течение 10 s. Наносили по 50 уколов.

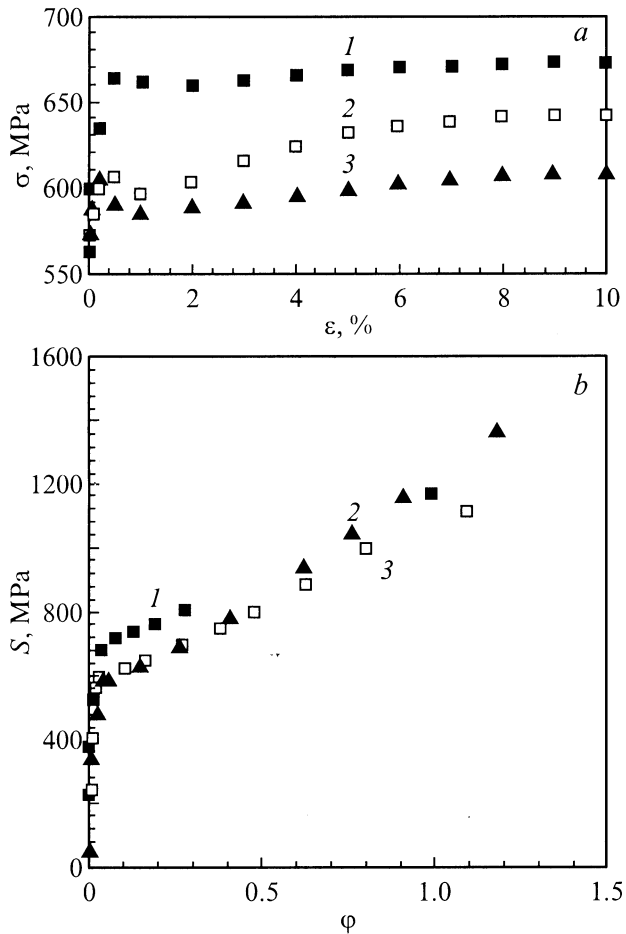
Кажущийся активационный объем определялся посредством экспериментов по релаксации напряжений с помощью метода, предложенного в [12]. Время выдержки при релаксации напряжений составляло 5 min.

Эволюция тонкой структуры с развитием пластической деформации исследовалась методом просвечивающей электронной микроскопии. Использовались микроскоп JEM 2000EX и фольги, вырезанные из различных участков деформированных образцов.

## 2. Результаты

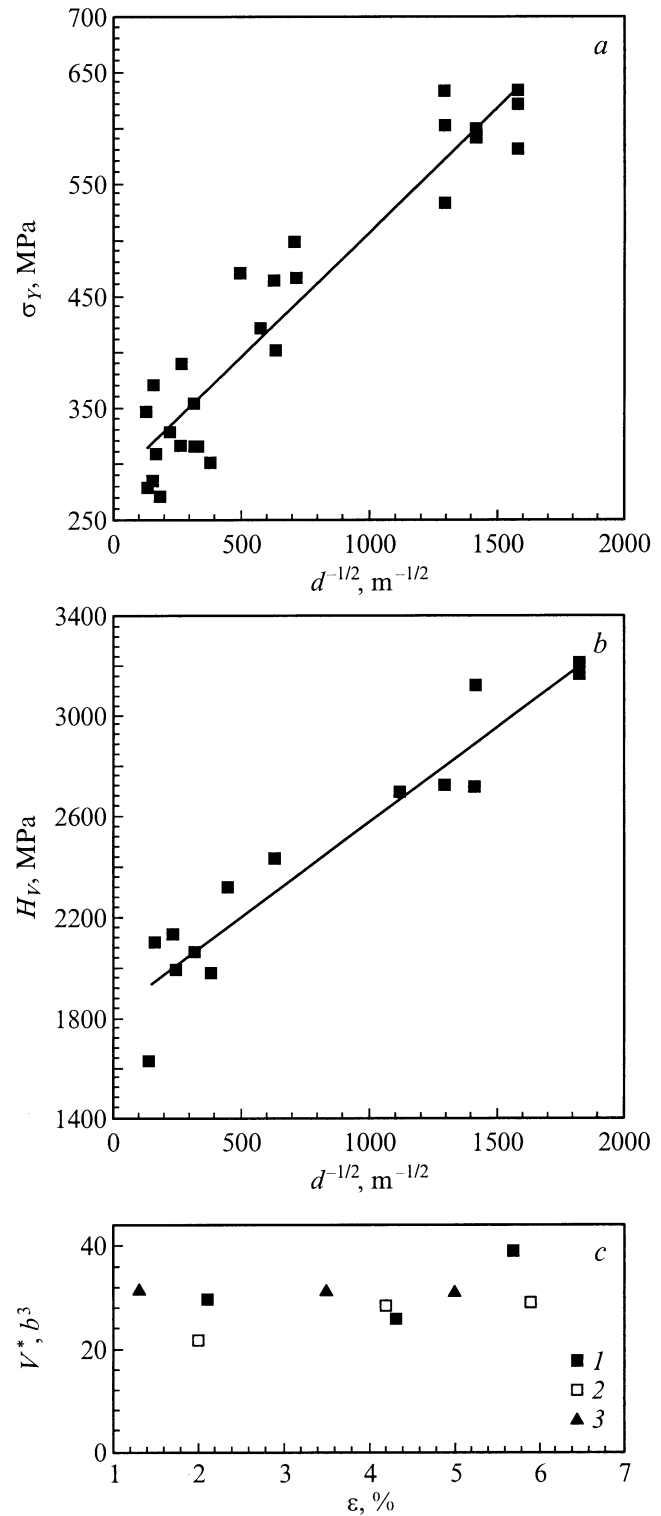
Начальные участки диаграмм растяжения "напряжение–относительная деформация" ( $\sigma$ – $\varepsilon$ ) образцов СМК-титана представлены на рис. 1, *a*. Видно, что для всех кривых характерно наличие зуба и площадки текучести (Людерса) на начальном этапе пластической деформации. С уменьшением размера зерна высота зуба текучести снижается, а протяженность площадки Людерса возрастает. У некоторых образцов с минимальным размером зерна ( $0.4 \mu\text{m}$ ) площадка текучести сразу переходила в шейку и стадия равномерной деформации отсутствовала. Пластическая деформация таких образцов была неравномерной (нестабильной).

На рис. 1, *b* приведены зависимости  $S$ – $\varphi$  для образцов с СМК-структурой. Видно, что с увеличением степени деформации их прочность существенно возрастает, что свидетельствует о наличии деформационного упрочнения. Следует отметить, что оно практически одинаково по величине и не зависит от деформации для всех приведенных образцов.

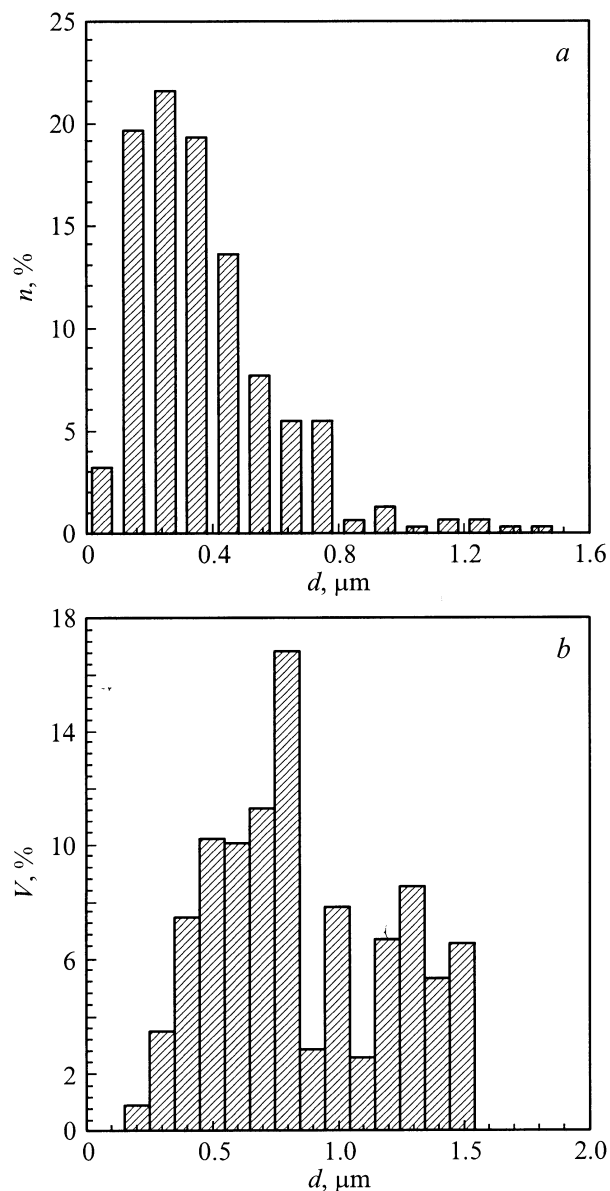


**Рис. 1.** Деформационные кривые субмикроструктурных образцов в координатах относительных (*a*) и истинных (*b*) величин напряжения и деформации. Средний размер зерна образцов ( $\mu\text{m}$ ): 1 — 0.4, 2 — 0.5, 3 — 0.6.

Влияние размера зерна на условный предел текучести, микротвердость ( $H_V$ ) и кажущийся активационный объем деформации ( $V^*$ ) представлено на рис. 2, *a*–*c*. Видно,



**Рис. 2.** Влияние размера зерна на условный предел текучести (*a*), микротвердость по Виккерсу (*b*) и кажущийся активационный объем (*c*). Средний размер зерна образцов ( $\mu\text{m}$ ): 1 — 0.5, 2 — 2.5, 3 — 58.



**Рис. 3.** Гистограммы распределения зерен по размерам (а) и распределения вкладов в общий объем фракций зерен различных размеров (б). Данные для образца, имевшего средний размер зерен  $0.4 \mu\text{m}$  и проявившего максимальную прочность.

что с учетом экспериментального разброса зависимости характеристик прочности удовлетворительно описываются уравнением Холла–Петча, а активационный объем не зависит от размера зерна и степени деформации и составляет  $\sim 30b^3$ , где  $b$  — величина вектора Бюргерса.

На рис. 3,а приведена гистограмма распределения зерен по размерам для образца со средним размером зерна  $0.4 \mu\text{m}$ , проявившего наибольшую прочность. Следует отметить, что, хотя подавляющее большинство составляют субмикронные зерна, имеется фракция зерен ( $\sim 2\%$ ), величина которых превышает  $1 \mu\text{m}$ . Из рис. 3,б следует, что эта фракция больших зерен вносит заметный вклад в общий объем образца ( $\sim 37\%$ ).

Эволюцию структуры в ходе деформации этого образца иллюстрирует серия фотографий (рис. 4, а–д). Видно, что структуру образца в исходном, недеформированном, состоянии (рис. 4, а) характеризуют преобладание относительно равноосных полиэдрических зерен и отсутствие какой-либо направленности в их расположении. Контраст внутри зерен практически однороден. Границы зерен прямые, на их изображениях часто наблюдаются толщинные контуры экстинкции. В некоторых зернах имеются дислокации. Деформация на 5% (рис. 4, б) приводит к появлению вытянутых зерен, исчезновению толщинных контуров экстинкции на границах, заметному увеличению плотности дислокаций, а также к появлению изгибных экстинкционных контуров и заметному варьированию контраста внутри зерен. Дальнейшее увеличение степени деформации до 10% (рис. 4, с), а затем и до 25% (рис. 4, д) приводит к ярко выраженной ”направленности структуры” — металлографической текстуре.

Переход от исходной структуры с равноосными зернами к структуре с вытянутыми зернами иллюстрирует также рис. 5. Из приведенных на нем данных следует, что 1) вытягиваются зерна самых разных размеров; 2) количество вытянутых зерен увеличивается с деформацией; 3) чем больше зерно, тем быстрее оно вытягивается.

Некоторые особенности внутризеренной и зернограничной дислокационной структуры на различных этапах деформации представлены на рис. 6, а–с. Из рис. 6, а видно, что в зернах, размер которых больше  $0.5 \mu\text{m}$ , формируется развитая дислокационная структура, характеризующаяся не только значительной плотностью дислокаций, но и наличием дислокационных субграниц. В более мелких зернах (рис. 6, б) субграницы не были обнаружены. Однако и в них плотность дислокаций была большой. В границах зерен (рис. 6, с) наблюдались решеточные дислокации. Их плотность также была значительной.

### 3. Обсуждение результатов

В качестве вероятных механизмов деформации исследуемого нами материала рассмотрим дислокационное скольжение и двойникование, которые обычно имеют место при пластическом течении титана в подобных температурно-скоростных условиях [13], а также диффузионную ползучесть Кобле и ЗГП, возможное наличие которых обуславливается спецификой СМК-состояния [8–10]. Но сначала обратим внимание на некоторые особенности исследуемого материала.

Полагая, что все зерна имеют одинаковый размер  $0.4 \mu\text{m}$  и шарообразную форму, а ширина границы составляет  $2b$  ( $0.5 \text{nm}$ ), получим объемную долю, занимаемую границами зерен,  $\sim 0.7\%$ . Отсюда следует, что для исследуемого здесь материала предположение о сопоставимости числа атомов в границах зерен и в самих зернах не корректно. Кроме того, реальный объем, занимаемый границами зерен, заметно меньше оцененного, поскольку в рассматриваемом образце имеются

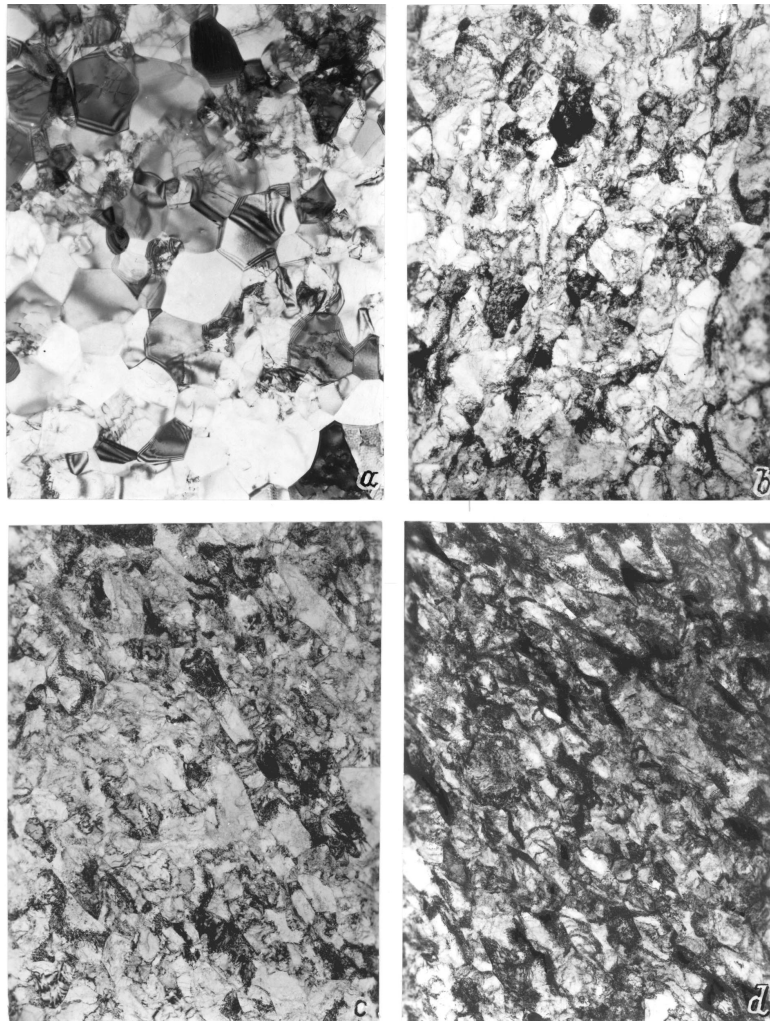


Рис. 4. Эволюция структуры СМК-титана в ходе деформации.  $\epsilon$ , %:  $a$  — 0,  $b$  — 5,  $c$  — 10,  $d$  — 25.

зерна, размер которых больше  $1 \mu\text{m}$  (рис. 3,  $a$ ). Как видно из рис. 3,  $b$ , эти зерна занимают значительный объем образца ( $\sim 37\%$ ). Тогда можно считать, что в этом объеме механизм деформации такой же, как и в материале со средним размером зерна  $1 \mu\text{m}$ , т.е. внутризеренное дислокационное скольжение [13]. Таким образом, даже из предварительного анализа гистограммы распределения зерен по размерам следует, что реальность действия упомянутых выше других механизмов деформации вызывает серьезные сомнения, а реальность дислокационного скольжения является весьма вероятной, по крайней мере в довольно большой части объема образца.

Обратимся теперь к полученным экспериментальным данным. Существует как минимум пять аргументов для подтверждения протекания весьма интенсивного внутризеренного дислокационного скольжения. Первый (и самый наглядный) — наличие развитой дислокационной субструктуры с высокой плотностью дислокаций внутри зерен (рис. 6,  $a, b$ ). Как следует из рис. 6,  $b$ , значительная дислокационная активность имеет место даже при размерах зерен  $\sim 0.2 \mu\text{m}$ . Следует отметить, что разви-

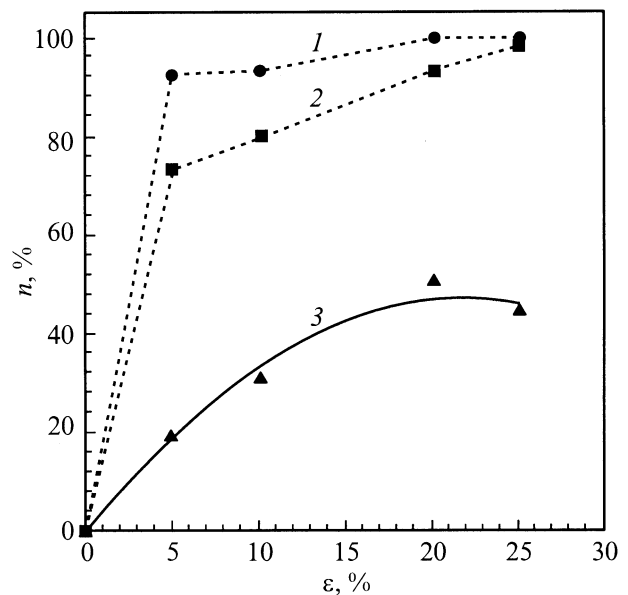
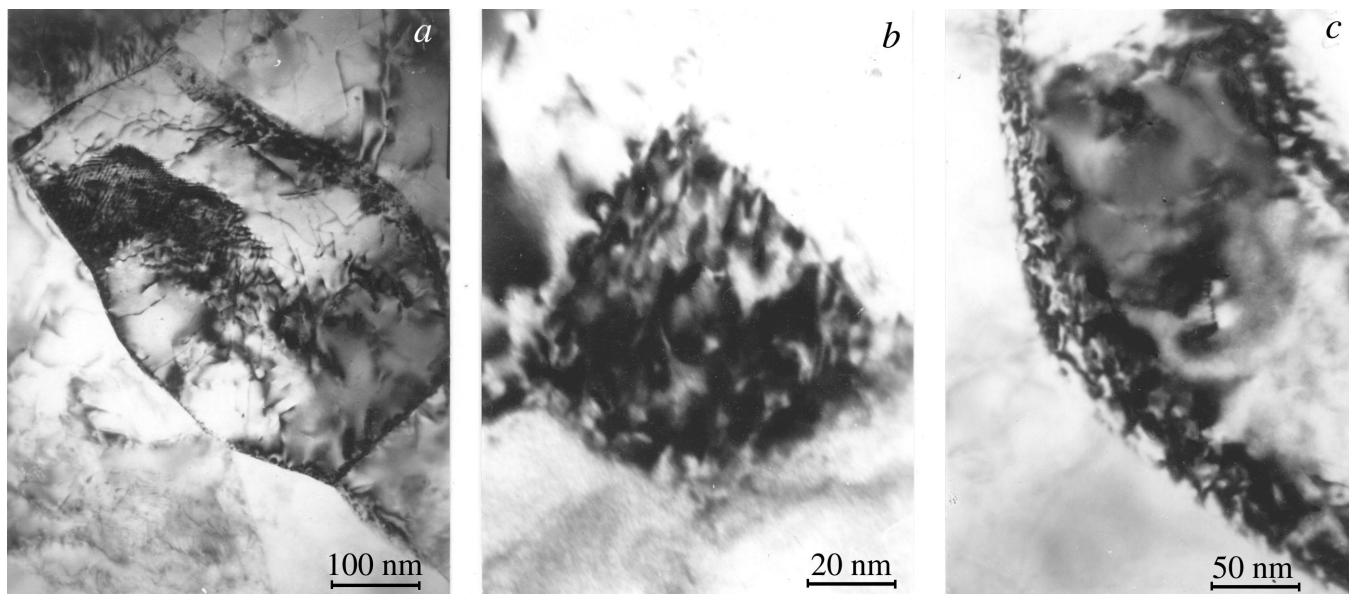


Рис. 5. Влияние степени деформации на количество вытянутых зерен. Интервал размеров зерен: 1 —  $d < 0.5 \mu\text{m}$ , 2 —  $0.5 < d < 1 \mu\text{m}$ , 3 —  $d > 1 \mu\text{m}$ .



**Рис. 6.** Некоторые особенности дислокационной структуры деформированного СМК-титана: образование дислокационных субграниц в зернах размером более  $0.5 \mu\text{m}$  (*a*); высокая плотность дислокаций в зернах размером менее  $0.5 \mu\text{m}$  (*b*); наличие решеточных дислокаций в границах дислокаций в границах зерен (*c*).

тую дислокационную структуру в субмикронных зернах наблюдали также в [14–16]. Приобретение зернами, даже самыми мелкими, вытянутой формы и формирование металлографической текстуры (рис. 4, 5) — второй аргумент в пользу протекания интенсивного скольжения внутри зерен. Аналогичные процессы отмечены также в [14–16]. Третьим аргументом в пользу дислокационного механизма деформации является наличие зуба текучести и площадки Людерса на деформационных кривых исследованных СМК-образцов (рис. 1, *a*). Этот результат согласуется с данными работ [16,17], где также была обнаружена площадка текучести на начальном этапе деформации СМК-образцов. Существуют разные гипотезы, объясняющие эти факты [18,19], но все они связаны с резким увеличением плотности мобильных дислокаций в зернах. Деформационное упрочнение, сопровождающее пластическое течение СМК-титана (рис. 1, *b*), служит четвертым аргументом для доказательства дислокационного внутриверенного скольжения. Независимость кажущегося активационного объема от размера зерна и степени деформации (рис. 2, *c*) и хорошее совпадение его значения с литературными данными [13] свидетельствуют о том, что термоактивационным механизмом деформации является преодоление дислокациями атомов примесей внедрения. Это можно рассматривать как пятый аргумент. Таким образом, наличие интенсивного внутриверенного дислокационного скольжения при деформации СМК-титана не вызывает сомнения.

Рассмотрим теперь возможность протекания других механизмов деформации. Проведенный тщательный анализ микроструктуры деформированных СМК-образцов не выявил присутствия двойников. В соответствии с известными данными о подавлении двойникового с

измельчением структуры в титане [13] можно считать, что двойникование в исследованных образцах не имело места.

Вытягивание зерен, включая даже очень мелкие (рис. 4, 5), существенное деформационное упрочнение (рис. 1, *b*) и наличие значительной плотности дислокаций в границах и в приграничных районах зерен (рис. 6, *c*) свидетельствуют о том, что ЗГП, если и имело место, не вносило заметного вклада в общую пластическую деформацию. Возможно, ЗГП играло только аккомодационную роль (так называемое наведенное ЗГП [20]), обеспечивая совместность деформации поликристалла.

Активационный объем процесса диффузии составляет  $\sim b^3$ . Это не согласуется с полученным экспериментальным значением (рис. 2, *c*). Кроме того, как и в случае с ЗГП, деформационное упрочнение, проявляемое СМК-титаном, и наличие нерасщепленных или незначительно расщепленных решеточных дислокаций в границах зерен (что маловероятно при интенсивной диффузии вакансий по границам зерен) не отвечают диффузионной ползучести. В совокупности все это приводит к выводу о малой вероятности действия диффузионной ползучести в качестве основного механизма деформации.

Таким образом, можно заключить, что перевод крупнозернистого титана в СМК-состояние не приводит к изменению механизма деформации и что внутриверенное дислокационное скольжение продолжает определять пластическое течение исследованного в настоящей работе СМК-титана. Возможность применения уравнения Холла–Петча для описания зависимости предела текучести и микротвердости (рис. 2, *a, b*) от величины зерна и в СМК-диапазоне подтверждает этот вывод.

Тогда для объяснения влияния размера зерна на механические свойства СМК-титана можно привлечь четыре модели: модель плоских дислокационных скоплений, выдвинутую Холлом [21] и Петчем [22] и развитую Коттреллом и Армстронгом [23,24]; модель деформационного упрочнения Конрада [25]; "композитную" модель Мэйерса и Ашворта [26] и модель геометрически необходимых дислокаций Эшби [27]. Для более точного выбора модели требуются дальнейшие исследования.

## Список литературы

- [1] A.N. Chokshi, A. Rosen, J. Karch, H. Gleiter. *Scripta Met.* **23**, 10, 1679 (1989).
- [2] G.W. Nieman, J.R. Weertman, R.W. Siegel. *Scripta Met. Mater.* **24**, 1, 145 (1990).
- [3] G.W. Nieman, J.R. Weertman, R.W. Siegel. *Scripta Met.* **23**, 13, 2013 (1989).
- [4] J.S.C. Jang, C.C. Koch. *Scripta Met.* **24**, 8, 1599 (1990).
- [5] J.R. Weertman, P.G. Sanders. *Solid State Phenom.* **35–36**, 249 (1994).
- [6] P.G. Sanders, J.A. Eastman, J.R. Weertman. *Acta Mater.* **45**, 10, 4019 (1997).
- [7] R. Scattergood, C. Koch. *Scripta Met. Mater.* **27**, 1195 (1992).
- [8] R.A. Masumura, P.M. Hazzledine, C.S. Pande. *Acta Mater.* **46**, 13, 4527 (1998).
- [9] H.S. Kim, Y. Estrin, M.B. Bush. *Acta Mater.* **48**, 493 (2000).
- [10] H. Conrad, J. Narayan. *Scripta Mater.* **42**, 1025 (2000).
- [11] Г.А. Салищев, О.Р. Валиахметов, Р.М. Галеев, С.П. Малышева. *ФММ* **81**, 4, 86 (1996).
- [12] V.I. Dotsenko. *Phys. Stat. Sol. (b)* **93**, 11 (1979).
- [13] H. Conrad. *Prog. Mater. Sci.* **26**, 123 (1982).
- [14] Г.А. Салищев, К.Г. Фархутдинов, В.Д. Афанасьев. *Металлы* **2**, 116 (1993).
- [15] С.Ю. Миронов, С.П. Малышева, Р.М. Галеев, Г.А. Салищев, М.М. Мышляев. *ФММ* **87**, 3, 247 (1999).
- [16] Г.А. Салищев, Р.Г. Зарипова, А.А. Закирова, Х.Дж. МакКвин, Л.А. Сютин. *ФММ* **89**, 3, 100 (2000).
- [17] G. Salishchev, R. Zaripova, R. Galeev, O. Valiakhmetov. *Nanostruct. Mater.* **6**, 913 (1995).
- [18] A.H. Cottrell, B.A. Bilby. *Proc. Phys. Soc.* **A62**, 49 (1949).
- [19] W.G. Johnston. *J. Appl. Phys.* **33**, 9, 2716 (1962).
- [20] Р.З. Валиев, В.Г. Хайруллин, А.Д. Шейх-Али. *Изв. вузов. Физика* **3**, 93 (1991).
- [21] E.O. Hall. *Proc. Phys. Soc.* **B64**, 747 (1951).
- [22] N.J. Petch. *J. Iron Steel Inst.* **147**, 25 (1953).
- [23] А.К. Коттрелл. *Дислокации и пластическое течение в кристаллах. Металлургия, М.* (1958). 267 с.
- [24] Р.В. Армстронг. В кн.: *Сверхмелкое зерно в металлах. Пер. с англ./Под ред. Л.К. Гордиенко. Металлургия, М.* (1973). С. 11–41.
- [25] Х. Конрад. Там же. С. 206–219.
- [26] M.A. Meyers, E. Ashworth. *Phil. Mag.* **A46**, 5, 737 (1982).
- [27] M.F. Ashby. *Phil. Mag.* **21**, 399 (1970).