07

# Механические свойства и структурные особенности нанокристаллического титана, полученного при криопрокатке

© В.А. Москаленко<sup>2</sup>, В.И. Бетехтин<sup>1</sup>, Б.К. Кардашев<sup>1</sup>, А.Г. Кадомцев<sup>1</sup>, А.Р. Смирнов<sup>2</sup>, Р.В. Смолянец<sup>2</sup>, М.В. Нарыкова<sup>1</sup>

 <sup>1</sup> Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия
<sup>2</sup> Физико-технический институт низких температур им. Б.И. Веркина НАН Украины, Харьков, Украина
E-mail: Vladimir.Betekhtin@mail.ioffe.ru

(Поступила в Редакцию 12 февраля 2014 г.)

Изучен широкий спектр физико-механических свойств нанокристаллического титана BT1-0, полученного криомеханической фрагментацией зеренной структуры, с применением прокатки при температуре, близкой к температуре жидкого азота. Механизм измельчения зерна связан с фрагментацией зерна двойниками. Именно двойниковая природа внутренних поверхностей раздела (границ кристаллитов) обеспечивает термическую и структурную стабильность нанокристаллического титана, полученного криомеханической фрагментацией зерна, в области температуре до ~ 500 К. Предполагается, что наблюдаемое уменьшение плотности титана в результате криопрокатки связано с рядом факторов (высокой плотностью введенных дислокаций, образованием нанопор, изменением параметров решетки титана).

Работа выполнена при финансовой поддержке в рамках проекта № 1.1.1.31 ГЦНТП "Нанотехнологии и наноматериалы" на 2010–2014 г. и частичной поддержке РФФИ (проект № 13-02-00054).

#### 1. Введение

Широкая сфера применения титана и его сплавов обуславливает повышенный интерес к исследованию структуры и свойств этих материалов в их высокопрочном наноструктурном состоянии. Для получения ультрамелкозернистых (УМЗ) металлов и сплавов, в том числе титана, используют, обычно, различные методы интенсивных пластических деформаций (ИПД), таких как равноканальное угловое прессование (РКУП), сдвиг под давлением, экструзию и др. [1–3]. С помощью указанных методов ИПД трудно, однако, получить нанокристаллическую (НК) с зерном менее 100 nm термостабильную структуру; определенные сложности вызывает и промышленная апробация этих методов.

С учетом вышесказанного вновь повысился интерес к использованию для получения НК-структур криодеформации, в том числе такого ее метода, как криопрокатка [4–10]. Действительно, ранее было показано, что деформация металлов при криогенных температурах ведет к образованию наноразмерных областей когерентного рассеяния размером в десятки нанометров. Например, криопрокатка меди приводит к формированию дислокационных ячеек размером около 40 nm, что в несколько раз меньше, чем при тех же степенях прокатки в области комнатной температуры [11–13]. Столь малый размер таких дислокационных конструкций и обуславливает в основном высокую степень упрочнения.

Предполагаемым механизмом измельчения зерна методами ИПД в условиях повышенных температур является постепенная трансформация первоначально возникшей ячеистой дислокационной структуры в окон-

чательную структуру с субмикронным размером зерна. Понижение температуры деформации уменьшает, естественно, интенсивность релаксационных процессов (динамического возврата) и рост микрокристаллитов, позволяя получить более мелкое зерно. Изменяются также динамические свойства дислокаций разного типа, действующие системы скольжения и моды деформации. В титане, как и многих ГПУ-металлах, конкурируя со скольжением, активизируется деформационное двойникование [14]. Все это влияет на свойства образованных при деформации микроструктур. Именно с наличием высокой плотности двойников, сильно фрагментирующих зерно, связывается более высокая по сравнению с обычным наноструктурным состоянием степень упрочнения [15-17] и термостабильность НК-титана, полученного криодеформацией [8].

Учитывая вышеуказанное, представляется достаточно актуальной задачей изучение влияния криопрокатки на широкий спектр механических свойств титана криопрокатки, как одного из способов получения наноструктурного состояния в металлических материалах при их обработке давлением в условиях низких температур.

## Материал и экспериментальные методики

В качестве материала для исследования использовался технически чистый титан ВТІ-0 с содержанием основных примесей (wt.%): 0.06 (Fe); 0.12 (O); 0.02 (N); 0.01 (C); 0.003 (H). Нанокристаллический титан был получен криопрокаткой при температуре, близкой к тем-

пературе жидкого азота. Истинная деформация при прокатке определялась как  $e = \ln t/t_0$  и составляла e = 1.6и e = 1.95 (здесь *t* и  $t_0$  — начальная и конечная толщина прокатываемой пластины), что отвечает относительной деформации 80% и 86% соответственно.

Дефектная структура и механические свойства титана изучались как после криопрокатки, так и последующих отжигов при температурах  $T \gtrsim 525$  K, а также после обработки образцов высоким гидростатическим давлением (1 GPa). Структурные исследования проводились с помощью методов просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). Образцы для ПЭМ-исследований вырезались с использованием электроискровой резки и шлифовались на полировальной бумаге до толщины  $\approx 0.25$  mm. Дальнейшее утонение до появления отверстия производилось в охлажденном до 233 К электролите на основе хлорной кислоты, растворенной в бутиловом и метиловом спиртах в соотношении 1:6:10 объемных частей соответственно. Тонкие края отверстия, прозрачные для электронов, использовались для электронномикроскопических наблюдений. Исследования деформационной микроструктуры производились на просвечивающем электронном микроскопе ЭМ-200 при ускоряющем напряжении 175 kV. Темнопольные электронномикроскопические изображения получались путем вырезания апертурной диафрагмой фрагмента в трех близко расположенных дифракционных кольцах {1010}, (0002) и {1011} на микродифракционной картине. Наблюдаемые на темнопольных негативах областей когерентного рассеяния (ОКР) сортировались по размерам с целью построения гистограмм по их распределению. На одну гистограмму приходилось от 800 до 1300 измерений.

Измерения возникающего при криодеформации свободного объема, обусловленного образованием таких дефектов как дислокации, нанотрещины или нанопоры (а также взаимодействия двойников с внутренними поверхностями раздела), проводились с помощью прецизионного измерения плотности титана. Плотность определялась методом тройного гидростатического взвешивания на воздухе и в дистиллированной воде с относительной погрешностью не более 1 · 10<sup>-4</sup>.

Для определения характеристик упругопластических свойств использовался резонансный метод составного пьезоэлектрического вибратора на частоте 100 kHz. Особенность акустических экспериментов состояла в том, что при умеренных амплитудах дислокационная структура исследуемого образца сохраняется: после акустического воздействия плотность дислокаций не изменяется [18]. Метод составного вибратора помимо получения данных о модуле Юнга Е позволяет исследовать поглощение ультразвука (внутреннее трение) с оценкой декремента упругих колебаний  $\delta$ , а также неупругие свойства образцов. Данные по неупругим свойствам получаются из измерения Е и б в широком диапазоне амплитуд колебательной деформации є, когда при достаточно больших є в материале возникает нелинейное амплитуднозависимое поглощение и амплитудно-зависимый дефект модуля Юнга. Эти измерения позволяют оценить также механические (микропластические) свойства материала в привычных для механических испытаний координатах напряжение-неупругая деформация, что дает возможность оценить условный предел микротекучести  $\sigma_v$  на базе начальной стадии микропластической деформации порядка десятков нанометров. Механические свойства образцов титана определялись также с помощью стандартных методов измерения микротвердости и регистрации диаграммы нагрузка-время, которая перестраивалась в деформационные кривые истинное напряжениеистинная деформация. Это позволяло определять условный предел текучести  $\sigma_{0,2}$ , предел прочности  $\sigma_B$  и относительное удлинение  $\varepsilon_f$ . Механические испытания проводились в условиях одноосного квазистатического растяжения при скорости деформации  $\dot{\eta} = 2 \cdot 10^{-4} \, \mathrm{s}^{-1}$ .

# 3. Экспериментальные данные и их анализ

Рассмотрим сначала результаты структурных исследований, связанные с определением размеров структурных элементов, возникших в титане в результате криопрокатки. Сравнение светлопольных и темнопольных изображений просвечивающей электронной микроскопии показало, что в случае сформированного НК-состояния наиболее информативным является темнопольное изображение, которое позволяет определить истинные размеры кристаллитов или областей когерентного рассеяния (ОКР) и сделать полуколичественную оценку их дисперсности после криопрокатки, а также последующих отжигов. Оказалось, что в областях, вырезаемых селекторными диафрагмами на площадях порядка  $30-50\,\mu\text{m}^2$ , присутствует порядка нескольких сотен ОКР, что достаточно для плотного заполнения всех разрешенных структурным фактором дифракционных колец.

На рис. 1 представлены темнопольные изображения, основанные на анализе этих изображений, статистическое распределение (гистограммы) элементов фрагментированных зерен (кристаллитов) и микроэлектронограммы титана после криопрокатки до деформаций e = 1.6 и e = 1.95. Видно, что в результате криодеформирования происходит сильное измельчение зерен, средний размер которых зависит от величины деформации. Максимальный размер кристаллитов (ОКР) в таких образцах не превышает ~ 160 nm, а их средний размер *d* равен 40 nm при e = 1.6 и d = 35 nm при е = 1.95. Таким образом, используя метод криомеханической фрагментации зерна, удалось получить объемный нанокристаллический титан с наименьшим в настоящее время средним размером зерна. Согласно [8,14], столь малые размеры элементов фрагментированной структуры — результат активизации механического двойникования — важной моды низкотемпературной пластической деформации в условиях скольжения, ограниченного лишь плоскостями призмы  $\{10\overline{1}0\}\langle 11\overline{2}0\rangle$ . Эффективность



**Рис. 1.** Темнопольные ПЭМ-изображения с микроэлектронограммами и гистограммами распределения размеров зерен нанокристаллического титана BT1-0 после криодеформаций: *a*) *e* = 1.6 (*d* = 40 nm) и *b*) *e* = 1.95 (*d* = 35 nm).

фрагментации зерна двойниковыми ламелями определяется многообразием действующих систем двойникования. Четыре типа двойников наблюдаются в титане при низких температурах, включая двойники растяжения  $\{10\overline{1}2\}$ , реже двойники  $\{11\overline{2}1\}$ , а также двойники сжатия  $\{11\overline{2}2\}$  и совсем редко —  $\{11\overline{2}4\}$ . Они возникают уже на самой ранней стадии пластического течения, их размеры не изменяются, а количество увеличивается. Поэтому двойники на первой стадии преимущественно крупные, их максимальный размер ограничен размерами зерна, т.е. их характерная длина составляет несколько микрон, а толщина двойниковой прослойки — порядка одного микрона. Взаимное отношение длины к толщине приблизительно 10:1. По мере увеличения деформации, когда исчерпается резерв исходного несдвойникованного объема зерна, первичные двойники начинают дробиться, в частности, в результате их пересечения двойниками других систем. Пример такой двойниковой структуры после промежуточной криодеформации e = 0.6 показан на светлопольной микрофотографии (рис. 2). В дальнейшем внутри первичных двойников возникают вторичные

двойники, естественно, более короткие и более узкие  $(d < 1 \, \mu m)$ , нарушается когерентность двойниковых границ.

Согласно результатам исследования эволюции деформационных субструктур титана технической чистоты, деформированного растяжением в области температур T = 4.2 - 293 K, основными структурными элементами кроме двойников являются равномерно распределенные отрезки винтовых дислокаций [19]. При таком виде дислокационной структуры маловероятно образование разориентированных дислокационных конструкций, тем более ячеек (субзерен) как с малыми, так и высокими углами разориентаций. Поэтому можно считать, что границы зерен (кристаллитов) в большинстве случаев имеют преимущественно двойниковую природу. Именно этим фактом может быть объяснена, как будет показано ниже, достаточно высокая термическая стабильность сформированного криодеформацией нанокристаллического структурного состояния.

Отжиг в течение 45 min при 525 К показал, что средний размер зерен увеличился несущественно (с 35

Состояние образца	ho, g/cm <sup>3</sup>	$\rho,$ g/cm <sup>3</sup> (P = 1 GPa)	e = 1.6				e = 1.95		
			E, GPa	$\delta_i,$ $10^{-4}$	$\sigma_y$ , MPa $(\varepsilon_d = 1 \cdot 10^{-8})$	$\sigma_y$ , MPa $(\varepsilon_d = 3 \cdot 10^{-8})$	$\sigma_{0,2},$ MPa	$\sigma_B,$ MPa	$\mathcal{E}_f,$ 0/0
Состояние поставки	4.4945		115.24	10.2	_	17	300	420	26
После криопрокатки	4.4810	4.4898	108.46	5.7	9.3	18	860	945	6
Криопрокатка + отжиг 525 К	4.4880	4.4898	113	3.4	16.5	23	815	900	6.5
Криопрокатка + отжиг 725 К	4.4835	4.4835	115.08	1.7	22.5	35	665	700	11

Значения модуля Юнга *E*, амплитудно-независимого декремента  $\delta_i$ , условного предела микротекучести  $\sigma_y$  при величине неупругой деформации  $\varepsilon_d$ , условного предела текучести  $\sigma_{0,2}$ , предела прочности  $\sigma_B$  и удлинения до разрушения  $\varepsilon_f$ , а также плотности  $\rho$  образцов нанокристаллического титана после различных криодеформаций *e* и последующих отжигов

до  $\lesssim 45$  nm) и по-прежнему преобладают мелкие (d = 30-80 nm) кристаллиты. Более заметные изменения размеров зерен наблюдаются после отжига при 725 K (45 min), когда их средний размер увеличивается до ~70 nm; при этом увеличилась доля крупных (до ~200 nm) и уменьшилась доля мелких (d = 20-40 nm) зерен. Сильно изменился характер распределения зерен по размерам, а само наноструктурное состояние может рассматриваться как бимодальное, когда нанометровая матрица (d менее 100 nm) содержит определенную долю (~20%) зерен субмикронного размера.

В процессе наложения больших криодеформаций увеличивается плотность различных деформационных дефектов, в частности, дислокаций. Кроме этого, взаимодействие наиболее возможных из них при низких температурах (дислокаций и двойников) может приводить к возникновению нано- и микротрещин. В этих условиях появляется вероятность деформационного "разрыхления" материала, а следовательно, и уменьшения его плотности за счет роста свободного объема. Экспе-



**Рис. 2.** Светлопольное ПЭМ-изображение с микроэлектронограммой титана ВТ1-0 после криодеформации до e = 0.6. Сечение, перпендикулярное плоскости прокатки и параллельное ее направлению (вид сбоку).

риментальные данные по влиянию криодеформации и последующих отжигов, а также по воздействию высокого гидростатического давления ( $P = 1 \, \text{GPa}$ ) на плотность титана приведены в таблице. Видно, что криопрокатка действительно вызвала заметное уменьшение плотности НК-титана. В то же время низкотемпературный  $(T = 525 \,\mathrm{K})$  отжиг в течение 45 min нивелирует данное уменьшение более чем наполовину. Наблюдаемое изменение плотности в принципе может быть связано с образованием (при криопрокатке) и залечиванием (после отжига) нанопористости, которая, как показано в [20–22], образуется, к примеру, в процессе такого вида интенсивной пластической деформации, как РКУП. В пользу этого предположения свидетельствует резкое повышение плотности после воздействия на образцы высокого (1 GPa) гидростатического давления, которое интенсивно влияет [20] на дефекты "пустотной" природы. Показательно, что давление не сказалось на криопрокатанных и отожженных при 725 К образцах.

Другой вероятной причиной наблюдаемого уменьшения плотности  $\rho$  нанокристаллического титана можно рассматривать существенное увеличение плотности дислокаций Л в результате криопрокатки. В рамках линейной теории упругости наличие дислокаций не должно сказываться на средней плотности кристалла. Однако на близком расстоянии от ядра вследствие очень высоких значений деформации не могут быть описаны линейной теорией упругости. Ангармонические члены являются достаточно большими, а под действием гидростатического давления они вызывают дополнительную дилатацию, и дислокации должны уменьшать плотность материала [23]. Произведем оценку возможности наблюдать приведенное в таблице изменение плотности титана вследствие увеличения плотности дислокаций. Выражение для изменения плотности материала  $\Delta \rho / \rho$ , вызванное увеличением плотности дислокаций Л, имеет вид  $\Delta \rho / \rho \approx 3/2b^2 \Lambda$ . Из таблицы для криопрокатанного образца имеем  $\Delta \rho / \rho = 3 \cdot 10^{-3}$ . Тогда для достижения наблюдаемого изменения плотности  $\rho$  необходимо иметь плотность дислокаций  $\Lambda \approx 2(\Delta \rho / \rho)/3 \cdot b^2$ или  $\Lambda \approx 2 \cdot 10^{16} \, \mathrm{m}^{-2}$ . Учитывая высокую степень криодеформаций (е = 1.95), это значение представляется реальным, так как под величиной  $\Lambda$  имеется в виду полная плотность дислокаций. Не исключено, однако, что большая их часть находится в границах зерен (кристаллитов). Это является дополнительным фактором, ведущим к повышению локальной плотности дислокаций, что затрудняет корректную оценку изменения плотности материала, вызванного увеличением  $\Lambda$ .

Наконец, важно отметить, что наблюдается корреляция между закономерностями в изменении плотности и параметров решетки НК титана в зависимости от режимов криомеханической и термической обработок. Данные по изменению параметров а и с в результате криодеформации и последующих отжигов, полученные ранее в работе [24], приведены на рис. 3 в сравнении с данными по плотности  $\rho$ . Видно, что уменьшение плотности после криопрокатки отвечает увеличению обоих параметров (как *a*, так и *c*), тогда как последующий рост плотности после низкотемпературного отжига связан в большей мере с резким уменьшением параметра с. Отметим, что деформация кристаллической решетки титана при низких температурах в направлении с может происходить только при двойниковании. Поэтому вероятно, что наблюдаемые изменения параметров решетки (как и плотности) связаны с перестройкой в двойниковой структуре.

Рассмотрим влияние нанометрового размера зерен на упругопластические свойства нанокристаллического титана, полученного криодеформацией с последующими отжигами, при комнатной температуре. На рис. 4 в качестве примера показаны амплитудные зависимости модуля упругости (модуль Юнга E) и декремента  $\delta$ , измеренные последовательно при увеличении и уменьшении амплитуды  $\varepsilon$ , для одного из образцов титана после криопрокатки (кривые 1) и его последующего отжига при температуре 725 К (кривые 2). На рис. 5



**Рис. 3.** Влияние криодеформации (состояние 2) и последующих отжигов при 525 К (состояния 3) и 725 К (состояние 4) на плотность  $\rho$  и параметры решетки *а* и *с* (исходное состояние 1).



**Рис. 4.** Амплитудные зависимости модуля Юнга E и декремента  $\delta$  нанокристаллического титана после криопрокатки (1) и после (2) отжига при температуре 725 К. Измерения выполнены при комнатной температуре; стрелки указывают направление изменения амплитуды.

приведены диаграммы "напряжение—микропластическая деформация", полученные по данным акустических измерений (см. зависимости на рис. 4) для образцов титана до и после различных обработок. Диаграммы получены из зависимостей  $E(\varepsilon)$ , снятых при первом цикле при увеличении амплитуды  $\varepsilon$ . Сводные данные по E, амплитудно-независимому декременту  $\delta_i$  и условному пределу микротекучести  $\sigma_y$  показаны в таблице.

Обращает на себя внимание тот факт, что модуль упругости Е после криопрокатки заметно падает до 108.46 GPa, а затем после отжига (таблица) и последующего воздействия гидростатического давления (114.73 GPa) практически восстанавливает свое значение до криодеформации. Подобный результат был также получен в работе [25] в экспериментах на более низких частотах ( $\sim 3 \, \text{kHz}$ ). Найденное уменьшение *E* в данной работе составляет 5.8%, что в два раза больше по сравнению со значением  $\Delta E$ , полученным в [25]. Подобный эффект для модуля ранее наблюдался при небольших деформациях в пластичных кристаллических материалах [18]. Однако неожиданным в данном случае оказывается поведение амплитудно-независимого декремента  $\delta_i$ , который уменьшается после столь необычной криодеформации примерно в два раза по сравнению со



**Рис. 5.** Кривые "напряжение-микропластическая деформация", полученные по данным акустических измерений на образцах нанокристаллического титана ВТ1-0: до (1) и после (2) криопрокатки, после отжига при 725 К (3) и после давления (4). Измерения при комнатной температуре.

значением для недеформированного образца (см. таблицу). Объяснить такое поведение  $\delta_i$  можно лишь предположив, что криопрокатка уменьшает дислокационный вклад в поглощение ультразвука. Действительно, это может иметь место при больших деформациях, когда размер зерна уменьшается и подвижных дислокаций в зерне становится меньше или они исчезают вовсе, после стока в границы зерен. Уменьшение модуля может, вероятно, также связано с образованием нано- и микропор. Большое значение декремента ( $\delta_i = 5.7 \cdot 10^{-4}$ ) также можно приписать наличию несплошностей.

Это высокое значение декремента ( $\delta_i = 5.7 \cdot 10^{-4}$ ) в криодеформированном образце может быть связано (как и в случае с уменьшением плотности титана) с высокой полной плотностью дислокаций, большая часть которых расположена в границах зерен. Наблюдаемое уменьшение модуля Юнга Е согласно дислокационным теориям [26] также можно рассматривать как результат дислокационного вклада. Данное объяснение подтверждается наблюдением за нелинейной неупругой микропластической деформацией, когда после криопрокатки уровень деформирующего напряжения  $\sigma$  (см. значения  $\sigma_v$  рис. 5 и в таблице) лишь слегка подрастает, а после отжига и всестороннего давления вырастает примерно в два раза. Таким образом, в ряде случаев при обсуждении экспериментальных результатов, по-видимому, необходимо учитывать отдельно плотность дислокаций внутри зерен и общую плотность с учетом зернограничных дислокаций.

Влияние размера зерен (от нано- до микрометров) на макроскопические механические свойства титана BT1-0 продемонстрировано данными в таблице. Уменьшение среднего размера зерна в результате криопрокатки с 15 µm до 35 nm привело к увеличению условного предела текучести  $\sigma_{0,2}$  с 300 до 860 МРа, при этом сильно уменьшилась пластичность, особенно равномерное удлинение. Отжиг в течение 45 min при 525 К не сильно изменил средний размер зерна ( $d \approx 43 \text{ nm}$ ); попрежнему, преобладают мелкие ( $d = 30-80 \,\mathrm{nm}$ ) зерна, поэтому не сильно изменились и механические свойства (см. таблицу). На термическую и структурную стабильность нанокристаллического титана, полученного криомеханической фрагментацией зерна, в указанной области температур указывают также результаты измерения микротвердости. Наблюдалось лишь небольшое уменьшение микротвердости с 2900 (после криопрокатки) до 2800 (после отжига 725 К) МРа. Двойниковая природа границ зерен (кристаллитов), как более устойчивых внутренних поверхностей раздела, является основным структурным фактором, обеспечивающим более высокую стабильность наноструктурного титана по сравнению с УМЗ-титаном, полученным другими методами ИПД.

Отметим, что низкая пластичность мономодальных нанокристаллических материалов со средним размером зерен d = 35 и 40 nm объясняется не только недостатком количества дислокаций и низкой активностью дислокационных источников, но и невозможностью образования в зернах такого размера дислокационных структур. Это является причиной низкой скорости деформационного упрочнения и, как следствие, проявления пластической неустойчивости.

Как было отмечено выше, более заметные изменения размеров зерен произошли после отжига при 725 К, когда средний размер зерен увеличился до ~ 70 nm; а около 80% зерен достигли субмикронных размеров. Механизм пластической деформации материала с субмикронным зерном в принципе аналогичный крупнозернистому титану, который имеет хорошую пластичность. Поэтому наличие в нанокристаллической матрице пластичной структурной составляющей повышает относительное удлинение титана с бимодальной структурой (средний размер зерна  $d = 70 \, \text{nm}$ ), сформированной после отжига при 725 К, в два раза. Отметим, что неожиданным оказалось расхождение между ростом условного предела микротекучести ( $\sigma_v$ ) и уменьшением предела текучести ( $\sigma_{0,2}$ ) при отжиге. Обычно эти характеристики изменяются синхронно [27].

## 4. Выводы

1. Получены данные об образовании при криопрокатке титана технической чистоты ВТ1-0 наноразмерных элементов кристаллической структуры (зерен, кристаллитов) со средними размерами d = 40 и 35 nm при криодеформациях e = 1.6 и e = 1.95 соответственно. Механизм измельчения зерна связан с фрагментацией зерна двойниками.

2. Установлено, что плотность нанокристаллического титана в результате использованных криодеформаций (e = 1.6 и 1.95) уменьшается на ~ 0.3%. После отжига при 525 К различие в плотности крупнозернистого и нанокристаллического титана уменьшается и составляет ~ 0.14%. Определены амплитудные зависимости модуля упругости (модуль Юнга E) и декремента  $\delta$ , измеренные последовательно при увеличении и уменьшении амплитуды  $\varepsilon$ , для образцов титана после криопрокатки и последующего отжига. Построены диаграммы "напряжение-микропластическая деформация", полученные по данным акустических измерений для образцов титана с различным наноструктурным состоянием.

Предполагается, что наблюдаемые эффекты могут быть связаны с рядом факторов: частичным залечиванием образовавшихся при криопрокатке нанопор; изменением плотности введенных дислокаций; эволюцией параметров решетки титана.

3. Уменьшение размера зерна от  $15 \,\mu$ m до  $35 \,$ nm и рассмотренные выше структурные факторы приводят к увеличению предела текучести  $\sigma_{0,2}$  титана технической чистоты ВТ1-0 при комнатной температуре от 300 до 860 МРа; предела прочности  $\sigma_B$  от 420 до 945 МРа, уменьшению относительного удлинения до разрушения  $\varepsilon_f$  до 6%. Пластичность может быть повышена за счет создания бимодального наноструктурного состояния.

Авторы благодарны В.Д. Нацику за обсуждение полученных результатов, а также И.С. Брауде за данные по параметрам решетки для нанокристаллического титана.

### Список литературы

- [1] H. Gleiter. Nanostruct. Mater. 1, 1 (1992).
- [2] Р.А. Андриевский, А.М. Глезер. УФН 179, 4, 3, 337 (2009).
- [3] Y. Estrin, A. Vinogradov. Acta Mater. 61, 782 (2013).
- [4] A.R. Smirnov, V.A. Moskalenko. Mater. Sci. Eng. A 327, 138 (2002).
- [5] Y. Wang, M. Chen, F. Zhou, E. Ma. Nature 419, 912 (2002).
- [6] N. Rangaraju, T. Ranghuram, B.V. Krishna, K.P. Rao, P. Venugopal. Mater. Sci. Eng. A 398, 246 (2005).
- [7] Y. Huang, P.B. Prangnell. Acta Mater. 56, 1619 (2008).
- [8] В.А. Москаленко, А.Р. Смирнов, А.В. Москаленко. ФНТ 35, 11, 1160 (2009).
- [9] T. Konkova, S. Mironov, A. Korznikov, S.L. Semiatin. Acta Mater. 58, 5262 (2010).
- [10] D.K. Yang, P.D. Hodgson, C.E. Wen. Scripta Mater. 63, 941 (2010).
- [11] И.А. Гиндин, М.Б. Лазарева, В.П. Лебедев, Я.Д. Стародубов, В.М. Мацевитый, В.И. Хоткевич. ФММ 24, 2, 347 (1967).
- [12] И.А. Гиндин, М.Б. Лазарева, В.П. Лебедев, Я.Д. Стародубов. ФММ 23, 1, 138 (1967)
- [13] R.Z. Valiev, Y. Estrin, Z. Horita, T.G. Langdon, M.J. Zehetbauer, Y.T. Zhu. J. Met. 58, 33 (2006).

- [14] V.A. Moskalenko, V.I. Startsev, V.N. Kovaleva. Cryogenics 20, 507 (1980).
- [15] L. Lu, Y. Shen, X. Chen, L. Qian, K. Lu. Science 304, 422 (2004).
- [16] X. Zhang. Acta Mater. 52, 995 (2004).
- [17] C.C. Koch. J. Mater. Sci. 42, 14031 (2007).
- [18] С.П. Никаноров, Б.К. Кардашев. Упругость и дислокационная неупругость кристаллов. Наука, М. (1985). 254 с.
- [19] V.A. Moskalenko, A.R. Smirnov. Mater. Sci. Eng. A 246, 282 (1998).
- [20] Β.И. Бетехтин, Α.Γ. Кадомцев, V. Sklenicka, V. Saxl. ΦΤΤ 49, 10, 1787 (2007).
- [21] R. Lapovok, D. Tomys, J. Mang, Y. Estrin, I. Lowe. Acta Mater. 57, 2909 (2009).
- [22] В.И. Бетехтин, V. Sklenicka, V. Saxl, Б.К. Кардашев, М.В. Нарыкова. ФТТ 52, 8, 1517 (2010).
- [23] Ж. Фридель. Дислокации. Мир, М. (1967). 580 с.
- [24] И.С. Брауде, Н.Н. Гальцов, В.А. Москаленко. ФНТ **37**, *11*, 1307 (2011).
- [25] Ю.А. Семеренко, В.А. Москаленко, А.Р. Смирнов. Металлофиз. нов. технол. 35, 499 (2013).
- [26] A.V. Granato, K. Lücke. J. Appl. Phys. 27, 583 (1956).
- [27] Ю.Р. Колобов, В.И. Бетехтин, Е.В. Голосов, А.Г. Кадомцев, Н.Н. Кузьменко, Б.К. Кардашев, М.В. Нарыкова. Вестн. ТГУ 18, 4, 1531 (2013).