

# Низкотемпературная особенность зернограничного упрочнения нанокристаллического титана

Р.В. Смолянец, В.А. Москаленко

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

Статья поступила в редакцию 27 декабря 2018 г., после переработки 12 февраля 2019 г., опубликована онлайн 28 мая 2019 г.

При растяжении поликристаллов титана в интервале температур 4,2–395 К изучены зависимости их предела текучести  $\sigma_{0,2}$  от размера зерна  $d$ , изменяющегося в микро- и нанометровом диапазонах. Обнаружено, что при температурах ниже  $\sim 180$  К зависимости  $\sigma_{0,2}(d)$  не описываются классическим соотношением Холла–Петча, отклоняясь при нанометровом размере  $d$  в сторону больших напряжений. Наблюдаемые при низких температурах особенности зернограничного упрочнения объясняются с привлечением теоретических моделей, согласно которым в нанометровом диапазоне зерен диаметр дислокационной петли, зарождающейся на границе зерна, пропорционален  $d$ , а напряжение зарождения  $\sigma \sim 1/d$ . Получена оценка критического значения  $d_{nc}$ , ниже которого при фиксированной температуре выполняется соотношение  $\sigma_{0,2} \sim 1/d$ . Установлено, что с повышением температуры эксперимента величина  $d_{nc}$  уменьшается.

Ключевые слова: зернограничное упрочнение, соотношение Холла–Петча, низкие температуры, нанокристаллический титан ВТ1-0.

## 1. Введение

Размер зерна является одной из основных характеристик микроструктуры, определяющей механические свойства поликристаллических материалов. Повышенный интерес к вопросу о влиянии размера зерен и упрочняющего действия их границ на механические свойства в последнее время был инициирован активными исследованиями в области ультрамелкозернистых (УМЗ) и нанокристаллических (НК) материалов. К УМЗ металлическим материалам в последнее время чаще всего относят материалы с субмикронным размером зерна  $d \approx 100\text{--}500$  нм, а к НК — с зерном  $\lesssim 100$  нм. Было обнаружено, что многократное увеличение предела текучести и твердости с уменьшением размера зерна наблюдается, по меньшей мере, до значений  $d \sim 20\text{--}40$  нм. Механизмы наблюдаемого упрочнения являются дискуссионными, поскольку внутризеренные источники дислокаций, как ожидается, не будут работать при наномасштабных размерах зерен. Кроме того, в деформированных образцах НК материалов нет экспериментально подтвержденных данных о накоплении дислокаций, как и о какой-либо дислокационной активности, возникающей и заканчивающейся на границах зерен.

Математически характер упрочнения поликристаллов описывается эмпирическим соотношением Холла–Петча [1,2]. Согласно этому соотношению зависимость предела текучести  $\sigma_y$  от среднего размера зерна  $d$  имеет вид

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{-1/2}, \quad (1)$$

где  $\sigma_0$  — напряжение сопротивления движению дислокаций со стороны кристаллической решетки, а в общем случае — составляющая деформирующего напряжения, которая не зависит от размера зерна,  $k_y$  — коэффициент зернограничного (ЗГ) упрочнения, характеризующий вклад границ зерен в упрочнение. Первоначальное предположение о том, что параметры  $\sigma_0$  и  $k_y$  являются «константами» материала не находит подтверждения. Во многих работах обнаруживается их зависимость от степени и скорости деформации, температуры, наличия примесей, интервала размеров зерен и т.д. [3–8]. С другой стороны, согласно [9], для наноструктурных металлов имеется ряд противоречивых данных плохо характеризованных данных, которые, как правило, подтверждают любую теорию. Отмечается также отсутствие надежной экспериментальной поддержки соотношения (1) [10]. Все это делает достаточно сложной интерпретацию

параметров  $\sigma_0$  и  $k_y$  и универсального характера соотношения (1).

Влияние размера зерен на прочностные характеристики наноструктурного титана исследовалось достаточно широко (смотри работы [5,6,11–15] и приведенные в них ссылки). В некоторых случаях, стремясь подтвердить соотношение Холла–Петча (1), авторы привлекают результаты других исследований без учета иного метода деформации, химического состава и структурного состояния исследуемого металла. Эти факторы можно считать причиной большого разброса имеющихся в литературе значений параметров  $\sigma_0$  и  $k_y$ , что продемонстрировано в работах [13,14]. При исследовании титана важно учитывать способ оценки значений  $\sigma_0$  и  $k_y$ : из экспериментов по активному растяжению (сжатию), считая  $\sigma_y \equiv \sigma_{0,2}$ , где  $\sigma_{0,2}$  — условный предел текучести, или в экспериментах по микротвердости, определяя  $H_V$ . Прочностные характеристики  $\sigma_{0,2}$  и  $H_V$  отвечают различным степеням пластической деформации ( $\varepsilon = 0,002$  и  $\varepsilon = 0,076$ ) и, следовательно, связаны с различными микроструктурными состояниями исследуемого материала. При  $\varepsilon = 0,002$  дислокационная субструктура поликристаллического титана в интервале температур 4,2–373 К состоит преимущественно из хаотически расположенных дислокаций [16,17]. Малочисленными двойниками, возникающими при низких температурах, в данном случае можно пренебречь. При  $\varepsilon = 0,076$  (представительная деформация под индентором) на характер формирующейся деформационной микроструктуры существенное влияние оказывает активизирующееся двойникование, что, естественно, отражается на значении параметра  $k_y$  для величины  $H_V$ , определяемой соотношением, аналогичным (1) [19]. Поэтому при обсуждении экспериментальных данных теряется возможность анализа с целью более глубокого понимания физических механизмов ЗГ упрочнения и, следовательно, особенностей пластической деформации УМЗ и НК металлов.

В настоящей работе зависимости предела текучести титана от размера зерна, изученные в интервале температур 4,2–395 К, проанализированы с точки зрения их соответствия соотношению Холла–Петча (1). Корректному анализу результатов способствовала используемая технологическая процедура варьирования размера зерна от микронных до наномасштабных значений путем отжига после криодеформации, которая обеспечивала практически одинаковое внутризеренное субструктурное состояние образцов, характерное для отожженного поликристалла, без изменения их исходного химического состава. Пластическая деформация  $\varepsilon = 0,002$ , соответствующая характерному напряжению  $\sigma_{0,2}$ , при деформации растяжением достигалась преимущественно путем дислокационного скольжения. Механизмы влияния размера зерна на предел текучести НК титана обсуждены с привлечением представлений о роли

ЗГ дислокационных источников в пластической деформации поликристаллических материалов.

## 2. Характеристика образцов и методика эксперимента

Объектом исследования являлся титан технической чистоты ВТ1-0 в виде промышленно изготовленного листа толщиной 4 мм с концентрацией основных примесей в ат. % (масс. %): Fe — 0,05 (0,06); O — 0,35 (0,11); N — 0,07 (0,02); C — 0,04 (0,01); H — 0,14 (0,003) и размером зерна  $d \sim 10$  мкм. Объемный НК титан со средней величиной зерна  $d \approx 35$  нм был получен с использованием многократной прокатки при температуре жидкого азота — одного из вариантов метода криомеханической фрагментации зерна [11]. Температура заготовки измерялась с использованием термпары медь–константан. Косвенным подтверждением малой вероятности заметного повышения температуры при прокатке (время меньше 3 секунд) является наличие на поверхности полосы слоя жидкого воздуха, температура которого лишь на 4,4 К выше температуры жидкого азота ( $T = 77,3$  К). Истинная величина криодеформации (утонения) составляла  $e_{th} \approx 2$  (относительная деформация  $\varepsilon \approx 86\%$ ) и определялась как  $e_{th} = \ln(t/t_0)$ , где  $t_0$  и  $t$  — начальная и конечная толщины прокатываемой пластины. Состояние поверхности полосы после прокатки толщиной  $t = 0,55$  мм не требовало дополнительной обработки. Последующий отжиг образцов с зерном  $d \approx 35$  нм позволил в дальнейшем варьировать средний размер зерна от наноразмерных до микронных значений. Таким образом, в результате криопробатки и последующих отжигов при температурах 525, 725 и 943 К в течение 45 мин в вакууме  $3 \cdot 10^{-3}$  Па были получены образцы со средним размером зерен 45 нм, 80 нм и 2 мкм соответственно [11]. Используя отжиг материала в состоянии поставки при температуре 973 К, были также получены КЗ образцы с размером зерен  $d = 10$  и 20 мкм.

Механические свойства были определены при одноосном растяжении с номинальной скоростью пластической деформации  $\dot{\varepsilon} = 2 \cdot 10^{-4}$  с<sup>-1</sup> при фиксированном значении температуры в интервале 4,2–395 К. Образцы в форме двойных лопаток и размерами рабочей части  $0,55 \times 5 \times 25$  мм вырезались из полосы соответствующей толщины в направлении прокатки с использованием штампа.

## 3. Экспериментальные результаты

### 3.1. Механические свойства

Высокая прочность и низкий резерв пластичности являются характерными особенностями механических свойств наноструктурных металлических материалов. Это достаточно четко демонстрируется деформационными диаграммами титана при уменьшении среднего

размера зерна от микронных до наномасштабных значений (рис. 1).

Так, в результате уменьшения размера зерна от 20 мкм до 35 нм условный предел текучести  $\sigma_{0,2}$  при 293 К увеличивается с 300 МПа до 870 МПа, тогда как относительное удлинение до разрушения  $\delta_f$  падает с 25% до  $\approx 6\%$ . Точность измерения предела текучести составляла около 5%, что на рис. 2 и рис. 6 соответствует размеру символов. В табл. 1 приведены значения этих двух характеристик титана VT1-0 с различным размером зерна, представляющих интерес в научном и в прикладном отношении.

Обращает на себя внимание факт менее существенного влияния размера зерна на предел текучести  $\sigma_{0,2}$  при низких температурах. В результате уменьшения размера зерна значение  $\sigma_{0,2}$  отожженного титана в области температур 293 и 395 К возрастает приблизительно в три раза, тогда как при 21 К и 4,2 К  $\sigma_{0,2}$  увеличивается лишь в два раза. Эта особенность может указывать на различие в механизмах ЗГ упрочнения и будет предметом детального изучения в настоящей работе.

Видно, что на фоне существенного увеличения прочностных свойств НК титан имеет гораздо более низкий резерв пластичности по сравнению с КЗ образцами, что

сопровождается изменением характера деформационных кривых. Природа сильного уменьшения относительное удлинение до разрушения  $\delta_f$ , особенно в области низких температур ( $\approx 77$  К), где значение  $\delta_f$  уменьшается до 2–4%, исследовалась в работе [20]. Она связана с резким уменьшением скорости деформационного упрочнения  $\theta = (\partial\sigma/\partial\varepsilon)\dot{\varepsilon}$ , что обнаруживается уже после небольшого интервала начальной пластической деформации. В зоне локального сдвига деформация может достигать 100%. Падение нагрузки при затянувшемся формировании шейки составляет 30–50% от максимального значения, тогда как для КЗ титана эта величина не превышает 15%. Основной причиной столь резкой потери пластичности можно считать отсутствие в наноразмерном зерне двойникования – важной низкотемпературной деформационной моды КЗ титана [20].

В то же время уменьшение размера зерна до нанометровых значений практически не влияет на температурный порог проявления таких низкотемпературных особенностей пластической деформации как скачкообразное пластическое течение и аномалия температурной зависимости предела текучести, физическая природа которых была обсуждена в работах [21,22].

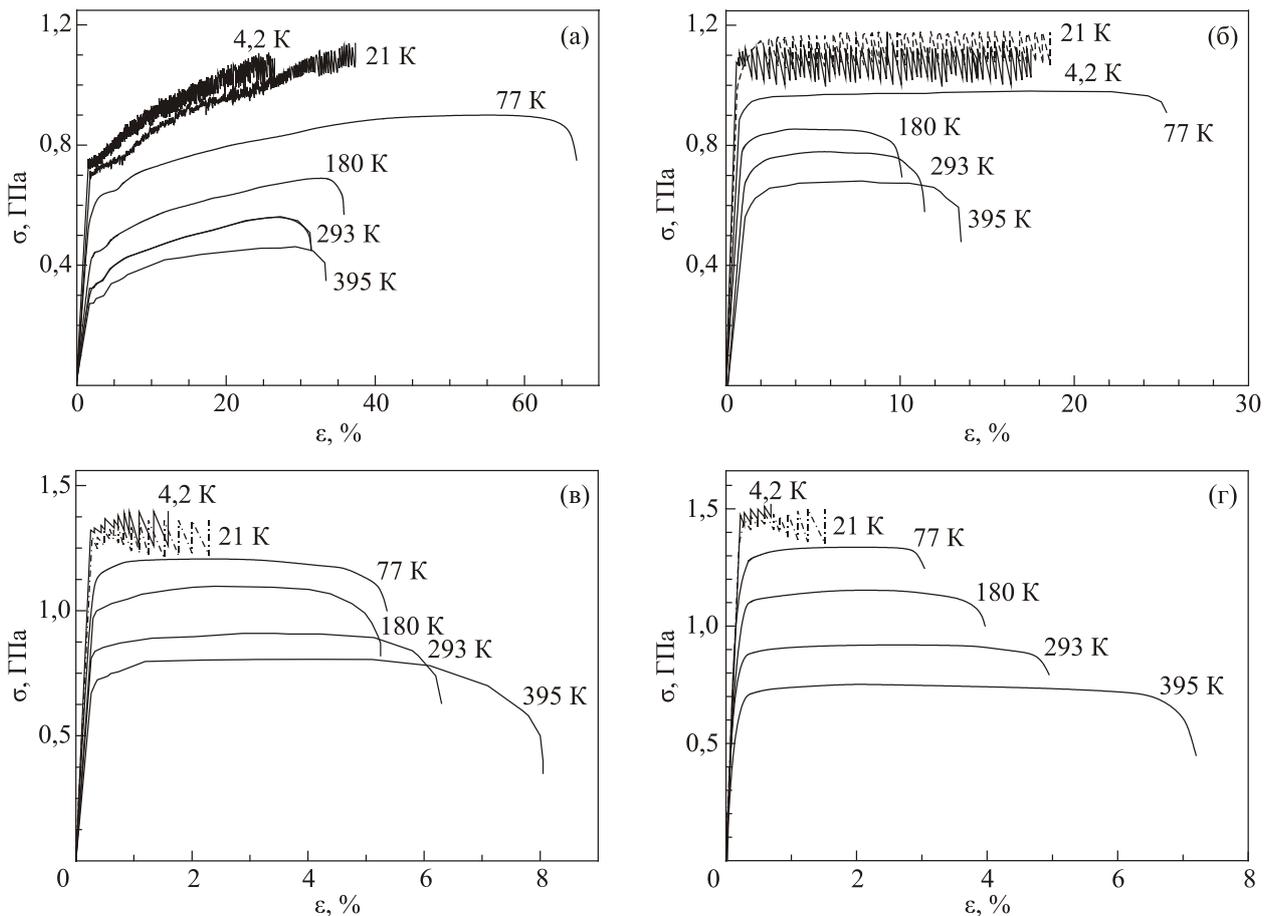


Рис. 1. Инженерные кривые «напряжение–деформация» растяжения титана VT1-0 с размером зерен 2 мкм (а), 80 нм (б), 45 нм (в) и 35 нм (г) при температурах 4,2–395 К.

Таблица 1. Механические свойства титана ВТ1-0 с различным размером зерна при температурах 4,2–395 К

T, К	Свойство	Размер зерна d				
		20 мкм	2 мкм	80 нм	45 нм	35 нм
4,2	$\sigma_{0,2}$ , МПа	675	690	1060	1310	1450
	$\delta_f$ , %	25	27	18	1,3	1
21	$\sigma_{0,2}$ , МПа	674	685	1055	1308	1447
	$\delta_f$ , %	42	40	19	2,5	1,8
77	$\sigma_{0,2}$ , МПа	540	590	900	1135	1260
	$\delta_f$ , %	60	55	25	6	3
180	$\sigma_{0,2}$ , МПа	405	445	750	975	1090
	$\delta_f$ , %	38	35	9,5	5	4
293	$\sigma_{0,2}$ , МПа	300	330	655	810	870
	$\delta_f$ , %	25,5	25	10	6	5
395	$\sigma_{0,2}$ , МПа	220	255	560	680	730
	$\delta_f$ , %	33	30	13	8	7

3.2. Зависимость предела текучести от размера зерна

Экспериментальные значения условного предела текучести  $\sigma_{0,2}$  для образцов с различным размером зерна были определены, используя деформационные кривые при квазистатическом растяжении, полученные нами как в настоящей работе (рис. 1, табл. 1), так и ранее [23]. С целью выявления эффекта ЗГ упрочнения найденные значения  $\sigma_{0,2}$  согласно соотношению Холла–Петча (1) были построены в координатах  $\sigma_{0,2}-d^{-1/2}$  (рис. 2).

Корректность процедуры анализа гарантировалась выполнением следующих принципов систематизации используемых данных. А именно: значения  $\sigma_{0,2}$  отвечают деформирующему напряжению при конкретной, небольшой степени пластической деформации ( $\epsilon = 0,2\%$ ),

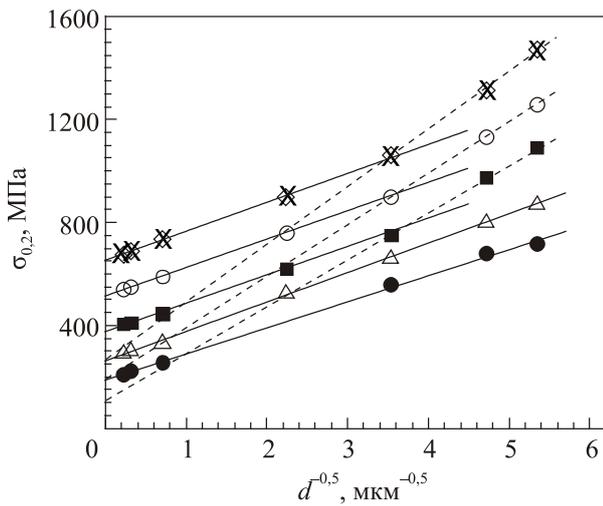


Рис. 2. Зависимости условного предела текучести  $\sigma_{0,2}$  титана ВТ1-0 от размера зерна  $d$  в координатах  $\sigma_{0,2}(d^{-1/2})$  при температурах 4,2 (X), 21(◇), 77(○), 180(■), 293(△) и 395 К(●). Зависимости  $\sigma_{0,2}(d^{-1/2})$  при температурах 4,2, 21 и 77 К аппроксимированы двумя линейными участками с отличающимися наклонами Холла–Петча при размерах зерен  $d \geq d_{cr}$  (—) и  $d \leq d_{cr}$  (---).

когда действующей деформационной модой являлось, по сути, дислокационное скольжение. Двойникование наблюдалось при низких температурах лишь в отдельных зернах в виде одиночных двойников. Также для вариации размеров зерен в широком интервале значений использовался один и тот же метод — криодеформация с последующим отжигом, что обеспечивало практически одинаковую микроструктурную предысторию образцов. Наконец, отметим, что исследуемые образцы были изготовлены из материала одинаковой чистоты.

Видно, что эффект ЗГ упрочнения при температурах 293 и 395 К может быть хорошо описан соотношением Холла–Петча (1) при уменьшении среднего размера зерна от микрометровых до наномасштабных значений ( $d \approx 35$  нм). Соответствующие эмпирические значения параметров  $\sigma_0$  и  $k_y$  в соотношении (1) приведены в табл. 2. Отметим, что величина коэффициента ЗГ упрочнения  $k_y \sim 0,1$  МПа·м<sup>1/2</sup> является близкой к полученной в экспериментах по микроиндентированию этого же материала для области деформаций, осуществляемых скольжением [18,24]. В литературе (см., например, [5,6,12]) встречаются также более высокие значения  $k_y$ . О возможных причинах наблюдаемого различия указывалось в разд. 1.

Таблица 2. Эмпирические параметры  $\sigma_0$  и  $k_y$  в соотношении Холла–Петча (1) при температурах 4,2 – 395 К для двух диапазонов размеров зерен  $d \geq d_{cr}$  и  $d \leq d_{cr}$

T, К	$d \geq d_{cr}$		$d \leq d_{cr}$	
	$\sigma_0$ , МПа	$k_y$ , МПа·м <sup>1/2</sup>	$\sigma_0$ , МПа	$k_y$ , МПа·м <sup>1/2</sup>
395	190	0,1	–	–
293	265	0,11	–	–
180	380	0,11	105	0,18
77	520	0,11	190	0,2
21	660	0,12	268	0,23
4,2	660	0,12	268	0,23

В то же время в работе [15] на зависимости условного предела текучести от размера зерна  $\sigma_{0,2}(d^{-1/2})$ , как и на зависимости микротвердости  $H_V(d^{-1/2})$  [17] для образцов титана технической чистоты наблюдается два линейных участка со значительно отличающимися наклонами. Важно отметить, что в обоих этих случаях измеренные величины  $\sigma_{0,2}$  и  $H_V$  в отличие от настоящего исследования отвечают микроструктурному состоянию, полученному при относительно больших значениях пластической деформации.

С другой стороны, в области температур  $T \lesssim 180$  К на зависимостях  $\sigma_{0,2}(d^{-1/2})$  при переходе от структурного состояния с микронным/субмикронным размером зерен к НК состоянию обнаруживается отклонение экспериментальных значений  $\sigma_{0,2}$  от линейного хода классического соотношения Холла–Петча в сторону увеличения предела текучести (рис. 2). При этом в области размеров зерен меньших критического ( $d \leq d_{cr}$ ), в окрестности которого происходит данный переход, зависимости предела текучести от размера зерна также могут быть представлены в координатах  $\sigma_{0,2}-d^{-1/2}$ . Однако трудно объяснить наблюдаемое при этом резкое изменение найденных параметров  $\sigma_0$  и  $k_y$  в соотношении (1).

Напряжения  $\sigma_0$ , отражающее сопротивление движению дислокаций в теле зерна, при фиксированной температуре уменьшается в три раза, а коэффициент зернограничного упрочнения  $k_y$  увеличивается в два раза (табл. 2). При этом для области размеров зерен больших критического ( $d \geq d_{cr}$ ) низкотемпературные значения параметра  $k_y$  практически совпадают с полученными для температур 293 и 395 К (табл. 2).

Отметим, что ранее о «положительном» наклоне в соотношении Холла–Петча сообщалось для УМЗ/НК материалов, в которых уменьшение размера структурных элементов, таких как дислокационные ячейки, субзерна или зерна, достигалось различными методами: большими деформациями [25,29], вакуумным осаждением из газовой фазы [30], горячей экструзией порошков [31].

#### 4. Обсуждение

Многочисленные экспериментальные данные для КЗ, УМЗ и НК материалов из литературы и полученные в настоящей работе указывают на имеющуюся сложность в прогнозировании их прочности при уменьшении размера зерна до наномасштабных значений. Свидетельством этому является имеющееся разнообразие зависимостей предела текучести как функции размера зерна [30–38]. На рис. 3 в качестве примера приведены некоторые из типов наклонов Холла–Петча, которые наблюдаются при переходе от микро- до наномасштабных размеров зерен [30,33–35]. Здесь кривая 3 соответствует соотношению (1), выполнение которого в ряде случаев сохраняется при уменьшении зерна до  $\sim 10$  нм [33]. Обратной зависимости Холла–Петча, т.е. с «отрицательным» наклоном коэффициента  $k_y$ , отвечает кривая 1,

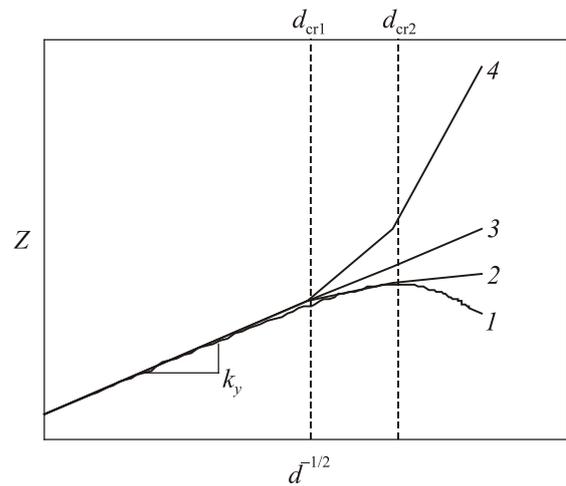


Рис. 3. Схематическое представление изменения предела текучести в зависимости от размера зерна в КЗ, УМЗ и НК металлах и сплавах.

характерная для диапазона наноразмерных зерен [34,35]. В работе [30] сообщается о «положительном» наклоне  $k_y$  с двумя критическими размерами зерен ( $d_{cr1}$  и  $d_{cr2}$ ), в окрестности которых наблюдается изменение механизма упрочнения (рис. 3, кривая 4). При этом в области размеров зерен  $d_{cr2} < d < d_{cr1}$  показатель степени при  $d$  в уравнении (1) изменялся от  $-1/2$  до  $-1$ , а для  $d < d_{cr2}$  этот показатель равен  $-3$ .

##### 4.1. Диапазон микронных и субмикронных размеров зерен

Для фундаментального обоснования соотношения (1) существует большое количество теоретических моделей. В последнее время их краткий анализ, с указанием также на наличие экспериментально не подтверждаемых предположений и допущений, был проведен многими авторами [27,35,39–42]. Физические механизмы, лежащие в основе этих моделей, могут изменяться в зависимости от структурного масштаба, но их дислокационная природа сохраняется, по сути, при всех масштабах длин [43]. Первоначальной и наиболее цитируемой является модель, основанная на концепции дислокационных скоплений, генерируемых внутри зерна и заблокированных границей [44]. Как источники концентрации сдвиговых напряжений в вершине скопления, они активизируют скольжение в соседнем зерне [2]. Это становится возможным, когда сумма внешнего напряжения и напряжения в голове скопления дислокаций больше, чем некоторое пороговое напряжение. Зависимость прочности от размера зерна обусловлена ограничением длины скопления размером зерна, что, таким образом, определяет предельную величину напряжения в голове скопления. В результате модель скопления прогнозирует линейную зависимость между пределом текучести и обратным квадратным корнем из размера зерна. Существует много вариантов этой базовой мо-

дели, которые обобщены в обзоре [45] и согласно всем им ЗГ упрочнение описывается уравнением вида (1). Однако эти хорошо сформулированные модели страдают неубедительностью вследствие следующих серьезных недостатков. Дислокационные скопления редко наблюдаются в эксперименте [45,46], а также отсутствуют прямые доказательства связи длины дислокационных скоплений с размером зерна [45,47]. Кроме того, в работе [46] указывается на отсутствие наблюдений о передаче скольжения к соседнему зерну на начальном этапе пластической деформации. Тем более что, например, в титане длина линий скольжения, образованных дислокациями от внутризеренных источников [46,48], с увеличением деформации становится более короткой, и, следовательно, уменьшается вероятность их торможения границами зерен.

В отсутствие дислокационных скоплений или их важности были предложены альтернативные модели зернограничного упрочнения. Одной из них является модель зернограничных источников, основанная на идее зернограничных выступов (ступенек), которые могут служить источниками дислокаций на начальной стадии пластического течения [49]. Имеются убедительные экспериментальные доказательства наличия дислокационных петель, испущенных границами зерен [37,50,51]. В этом случае коэффициент  $k_y$  в уравнении (1) является функцией плотности зернограничных источников [52] либо полной длины дислокаций, испущенных границей зерна на единицу ее площади [49]. Полученное соотношение для ЗГ упрочнения имеет такую же функциональную форму, что и уравнение (1). Однако, как и в модели дислокационных скоплений, отсутствуют прямые доказательства связи плотности ступенек на границах зерен с плотностью дислокаций.

Еще одной моделью ЗГ упрочнения, связанной с деформационным упрочнением, является композитная модель [53], которая расширяет представления о роли границ зерен как источников дислокаций [49]. Эта модель отличается от модели со ступеньками на границах зерен тем, что в ней, не обсуждая конкретный механизм с целью объяснения уравнения (1), из общей плотности дислокаций выделяются так называемые геометрически необходимые дислокации (ГНД). Возникновение данных дислокаций связано с наличием упругой и пластической несовместности на границах зерен с различной кристаллографической ориентацией [54]. Их плотность обратно пропорциональна размеру зерна. Механические свойства приграничной области отличаются более высокой степенью упрочнения по сравнению с внутренним объемом зерна, для которого характерно относительно однородное напряженное состояние. Отношение объемов этих двух областей зависит от размера зерна. Согласно [54,55] в данной композитной модели показатель степени в соотношении (1) с большей вероятностью равен  $-1$ , чем  $-1/2$ . Необходимо, однако, отме-

тить, что вероятность формирования указанного микроструктурного состояния при величине пластической деформации, отвечающей условному пределу текучести ( $\varepsilon = 0,2\%$ ), является маловероятной.

Таким образом, из перечисленных выше теорий ЗГ упрочнения наиболее часто упоминаемая модель дислокационных скоплений реально не имеет прямых экспериментальных доказательств [45]. Другие модели [25,53,57], предложенные для поликристаллов с микронным и субмикронным зерном, согласно проведенному авторами обзора [42] анализу данных по эффекту Холла–Петча за шестьдесят лет, также являются дискуссионными.

Ранее [17,48,59–61], используя методы оптической и просвечивающей электронной микроскопии, нами была изучена эволюция картины скольжения и деформационная микроструктура в образцах моно- и поликристаллического титана на начальном этапе пластической деформации в широком интервале температур (4,2–423 К). Установлено, что морфология и кинетика образования полос скольжения обусловлена различной относительной подвижностью винтовых и краевых компонент дислокационной петли. В окрестности комнатных и повышенных температур, когда подвижность винтовых и краевых компонент может считаться близкой, в монокристаллах и крупнозернистых поликристаллах наряду с зернограничными активными являются и внутризеренные (ВЗ) дислокационные источники. Полосы скольжения образованные ВЗ источниками аппроксимируются двумя группами дислокаций противоположного знака. Их длина на начальной стадии деформации сопоставима с размерами зерна в поликристалле или монокристаллического образца (рис. 4(а)) и заметно уменьшается со степенью деформации (рис. 4(б)) [48]. При этом вклад одной полосы скольжения в полную деформацию образца остается приблизительно постоянным. То есть, в одной полосе вызывается только ограниченное число дислокаций, и затем источник запирается.

При сравнительно малых деформациях ( $\varepsilon < 4\%$ ) плотность дислокаций быстро растет. В зерне поликристаллического образца их распределение в определенной степени однородно, хотя плотность у границ зерен немного выше [59,60], что является следствием актив-

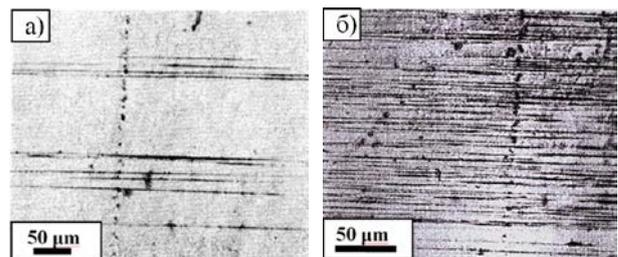


Рис. 4. Развитие полос скольжения в КЗ титане, деформированном при температуре  $T = 293$  К:  $\varepsilon = 0,65\%$  (а),  $\varepsilon = 4,7\%$  (б) [48].

ности при данных температурах как внутризеренных, так и приповерхностных (зернограничных) источников.

При понижении температуры ( $T \lesssim 200$  К) относительная подвижность краевых дислокаций становится существенно выше, чем винтовых. Приповерхностные и зернограничные дислокационные источники становятся доминирующими (рис. 5(а)) [48,61].

По сравнению с комнатной и повышенной температурами изменяется морфология полос скольжения и кинетика их образования. Возникшая у границы полоса, имея форму клина (рис. 5(б) [48]), развивается вглубь кристалла (или зерна). Можно говорить о том, что при распространении дислокационной петли краевые компоненты уходят из зерна, а субструктура образца состоит из прямолинейных отрезков винтовых дислокаций [17].

На рис. 5(в), (г) [59] представлено электронно-микроскопическое изображение таких полос скольжения, образованных на начальной стадии пластической деформации при 77 К (рис. 5(в)) и 4,2 К (рис. 5(г)) и состоящих из винтовых дислокаций.

Приведенные выше результаты исследования эволюции деформационной микроструктуры на начальном этапе пластического течения предоставляют возможность дать физическое обоснование выполнения соотношения Холла–Петча для предела текучести титана с микронным и субмикронным размером зерен ( $d \geq d_{cr}$ ) в достаточно широком интервале температур. С большой долей вероятности можно полагать, что при низких температурах ( $T \lesssim 200$  К) механизм, лежащий в основе соотношения (1) связан исключительно с активностью 3Г дислокационных источников. При повышении температуры до комнатных значений с 3Г источниками начнут конкурировать ВЗ дислокационные источники. Увеличение активности последних и пере-

ход к смешанным дислокационным источникам, как видно на рис. 2, не нарушает соответствия экспериментальных данных зависимости  $\sigma_{0,2} d^{-1/2}$ . Этот результат является экспериментальным подтверждением данных по дискретному дислокационному моделированию [62], согласно которому активность внутризеренных дислокационных источников, ограниченных лишь пределами зерна, также приводит к зависимости вида  $\sigma_{0,2}(d^{-1/2})$ . Можно также предположить, что в результате различного влияния примесей внедрения на подвижность краевой и винтовой компонент дислокационной петли, с увеличением чистоты материала температура активации ВЗ источников будет смещаться в сторону более низких значений.

#### 4.1. Диапазон наномасштабных значений размеров зерен

С уменьшением размера зерна до наномасштабных значений дислокационные механизмы деформации, присущие поликристаллам с микронным/субмикронным зерном, теряют свою важность, что обуславливает нарушение выполнения классического соотношения Холла–Петча (1) [42]. Считается, что отсутствие внутризеренной дислокационной активности и, соответственно, уменьшение плотности дислокаций, обусловленное изменением дислокационного механизма деформации, может способствовать снижению наклона Холла–Петча при размерах зерен меньше  $\sim 30$  нм [63–66].

Экспериментальные зависимости предела текучести от размера зерна при температурах 293 и 395 К могут быть достаточно хорошо аппроксимированы соотношением Холла–Петча в координатах  $\sigma_{0,2} d^{-1/2}$  вплоть до наномасштабных значений  $d = 35\text{--}80$  нм (рис. 2). В кратком обзоре [35] основных механизмов, ответственных за пластическую деформацию НК металлов, отмечается, что согласно результатам молекулярного динамического моделирования и аналитического описания [66–70] преобладающими при размерах зерен в диапазоне 20–50 нм являются процессы зарождения/аннигиляции дислокаций на границах зерен и 3Г проскальзывание. Представляется, что дислокации, возникшие у одной границы наноразмерного зерна, после беспрепятственного его пересечения поглощаются противоположной границей. В изученных образцах НК титана, используя методы просвечивающей электронной микроскопии и рентгеноструктурного анализа, была установлена близость размеров зерен и размеров кристаллитов (областей когерентного рассеяния) при их значениях меньше  $\sim 50$  нм [71,72]. Этот результат указывает на достаточно совершенную внутреннюю структуру зерен в образцах НК титана, полученного методом криомеханической фрагментации зерна, что может являться подтверждением существующих представлений о невозможности накопления в наноразмерных зернах дислокаций, создающих решеточные искажения. Однако

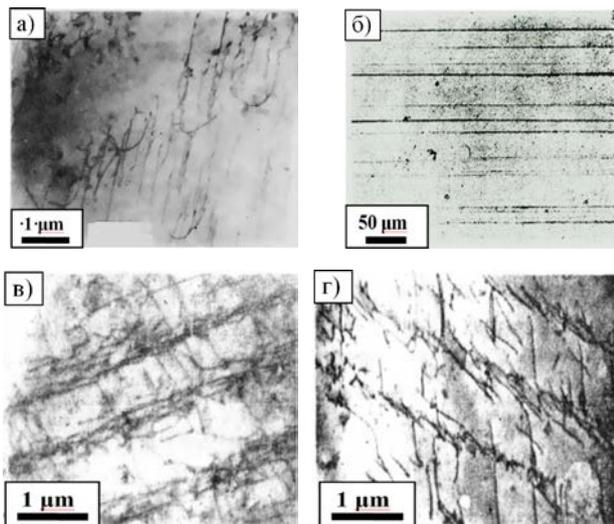


Рис. 5. Оптическое (а) и электронно-микроскопическое (б)–(г) изображение полос скольжения в КЗ титане при низких температурах [48,61]:  $T = 77$  К,  $\varepsilon = 0,25\%$  (а),  $\varepsilon \sim 1\%$  (б),  $\varepsilon = 2\%$  (в);  $T = 4,2$  К,  $\varepsilon = 1,5\%$  (г).

это еще не является доказательством полного отсутствия внутризеренной дислокационной активности в изученных образцах титана с размером зерна  $\lesssim 50$  нм. Таким образом, сохранение зависимости  $\sigma_{0,2}(d^{-1/2})$  в НК титане технической чистоты при температурах  $T \gtrsim 293$  К может свидетельствовать о том, что указанный размер зерна является еще большим, чтобы поддержать механизм внутризеренного дислокационного скольжения, но все еще не достаточно малым, чтобы ЗГ процессы доминировали над внутризеренной деформацией.

При низких температурах для титана с наноразмерным зерном обнаружено отклонение экспериментальных значений  $\sigma_{0,2}$  от линейного хода, отвечающего соотношению Холла–Петча, наблюдаемого для КЗ/УМЗ образцов (рис. 2). В КЗ титане диаметр генерируемой ЗГ источником дислокационной петли (смотри ее фронтальный сегмент на рис. 5(a)) практически не зависит от размера зерна и определяется относительной подвижностью ее винтовой и краевой компонент. С другой стороны, в работе [65], где работа по перемещению фронтального сегмента дислокационной петли (краевой компоненты) приравнивается к энергии оставшихся позади ее винтовых отрезков и энергии деформации, напряжение для эмиссии дислокации в первом приближении может быть выражено уравнением  $\tau = \alpha Gb/d$  [65]. Такой же вид зависимости  $\tau(d)$  для материалов с наноразмерным зерном был получен в работах [9,64,66,68], где, предполагая обратную пропорциональность между радиусом дислокационной петли и действующим на нее напряжением, было сделано предположение, что размер петель, зарождающихся на ГЗ, пропорционален размеру зерна, т.е. напряжение зарождения обратно пропорционально размеру зерна  $\sigma \sim d^{-1}$ . Что еще более важно, длина источника будет варьироваться в зависимости от размера зерна, если границы зерен существовали в плоскости перпендикулярно границе источника [68,70].

С учетом указанных выше теоретических моделей анализ зависимости  $\sigma_{0,2}(d)$  при низких температурах ( $T \lesssim 180$  К) был выполнен, используя степенную зависимость

$$\sigma_{0,2} = \sigma_0 + k_{nc} d^{-x}. \quad (2)$$

Для определения оптимальных значений показателей степени  $x$  в уравнении (2) были найдены скорректированные коэффициенты детерминации  $R^2_{adj}$  (квадрат множественного коэффициента корреляции  $R$ ), которые могут изменяться от 0 до 1. Чем ближе значение коэффициента  $R^2_{adj}$  к 1, тем лучше исследуемая функция описывает экспериментальные точки на графике. Установлено, что наиболее высокие значения коэффициента детерминации  $R^2_{adj} \geq 0,998$  отвечают показателю степени  $x = -0,5$  в уравнении (2) для диапа-

зона размеров зерен  $d \geq d_{cr}$ , а для области наномасштабных значений  $d \leq d_{cr}$  показатель степени  $x = -0,8$ .

Используя найденные значения показателей степени ( $x = -0,5$  и  $x = -0,8$ ), на рис. 6 изменение предела текучести  $\sigma_{0,2}$  с размером зерна  $d$  для титана технической чистоты при температурах  $\leq 180$  К было аппроксимировано зависимостями  $\sigma \sim (d^{-0,5})$  и  $\sigma \sim (d^{-0,8})$  в соответствии с уравнением (2). Слагаемое  $\sigma_0$  в уравнении (2) имеет то же значение, что и в уравнении (1), так как существующие теории не прогнозируют одновременного изменения параметров  $\sigma_0$  и  $k_y$  в одном и том же материале при фиксированной температуре.

Полученные значения  $x = -0,8$  близки к показателю степени  $-1$ , который следует из теоретических моделей, где исходя из предположения обратной пропорциональности между радиусом петли и действующим на нее напряжением, указывается, что размер петель, зарождающихся на ГЗ, пропорционален размеру зерна, т.е. напряжение зарождения обратно пропорционально размеру зерна  $\sigma \sim d^{-1}$ . Коэффициенты  $k_{nc}$ , в данном случае характеризуют процессы зарождения дислокаций на границах зерен и ЗГ проскальзывание. Они имеют другую размерность и, следовательно, несколько иной физический смысл по сравнению с коэффициентом  $k_y$  в уравнении (1). Их значения вместе со значениями напряжения трения  $\sigma_0$  для изученных температур приведены в табл. 3.

Когда зерно становится больше, механизм ЗГ упрочнения для НК состояния изменяется на зарождение дислокаций на уступах ГЗ. Этот механизм дает для ЗГ упрочнения такую же функциональную форму, что и уравнение (1). В этом случае коэффициент  $k_y$  в уравнении (1) является функцией плотности зернограничных источников либо полной длины дислокаций, испущенных границей зерна на единицу ее площади. Точки пересечения зависимостей  $\sigma_{0,2}(d^{-0,5})$  и  $\sigma_{0,2}(d^{-0,8})$  на рис. 6 позволяют определить графическим способом критические размеры зерен  $d_{cr}$ , в окрестности которых

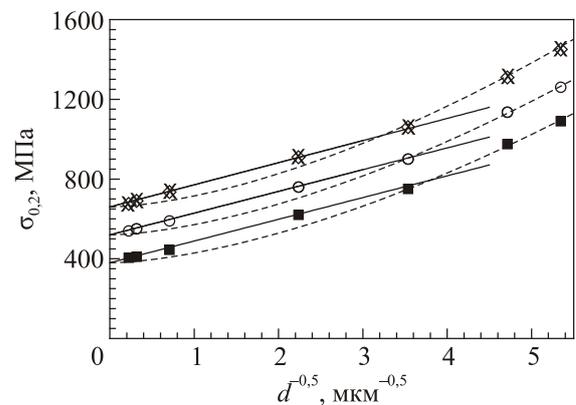


Рис. 6. Экспериментальные зависимости предела текучести  $\sigma_{0,2}$  от размера зерна  $d$  для титана ВТ1-0 при температурах: 4,2 (X), 21 (◇), 77 (O) и 180 К (■), аппроксимированные зависимостями  $\sigma_{0,2} \sim d^{-0,5}$  (—) и  $\sigma_{0,2} \sim d^{-0,8}$  (---).

Таблица 3. Эмпирические параметры  $\sigma_0$  и  $k_{nc}$  в соотношении  $\sigma_{0,2} = \sigma_0 + k_{nc} d^{-0,8}$  при температурах 4,2–180 К

T, К	180 К	77 К	21 К	4,2 К
$\sigma_0$ , МПа	380	520	660	660
$k_{nc}$ , МПа $\mu\text{м}^{4/5}$	49	51	54	54
$d_{cr}$ , нм	70	80	95	95

происходит изменение механизмов ЗГ упрочнения при низких температурах. Видно (табл. 3), что при повышении температуры критический размер зерен  $d_{cr}$  уменьшается и наблюдение особенностей на зависимостях  $\sigma_{0,2}(d)$  при температурах 293 и 395 К, вероятно, будет возможным при более мелком зерне.

### Выводы

Получены зависимости условного предела текучести при растяжении титана технической чистоты ВТ1-0 от размера зерна, изменяющегося от микрометровых до наномасштабных значений. Изучено их соответствие соотношению Холла–Петча. в интервале температур 4,2–395 К. Экспериментальные результаты проанализированы с использованием литературных данных об эволюции скольжения и деформационной микроструктуры и в соответствии с имеющимися теоретическими моделями, что позволило сделать следующие выводы о физических механизмах зернограничного упрочнения.

1. Установлено, что при температурах 293–395 К эффект зернограничного упрочнения титана технической чистоты может быть хорошо аппроксимирован зависимостью  $\sigma_{0,2} \sim (d^{-1/2})$  в соответствии с уравнением Холла–Петча в диапазоне размеров зерен 20 мкм–35 нм.

2. Физические механизмы ЗГ упрочнения, лежащие в основе соотношения Холла–Петча, для КЗ и УМЗ титана при низких температурах ( $T \lesssim 180$  К) связаны исключительно с активностью ЗГ дислокационных источников. При более высокой температуре увеличивается активность внутризеренных дислокационных источников и происходит переход к смешанным дислокационным источникам, что не изменяет аналитический вид уравнения (1).

3. Сохранение зависимости  $\sigma_{0,2}(d^{-1/2})$  при температурах  $T \gtrsim 293$  К до наномасштабных размеров зерна ( $d \sim 35$  нм) может свидетельствовать о том, что указанный размер зерна является еще достаточным, чтобы поддержать механизм внутризеренного дислокационного скольжения ( $\sigma_{0,2} \sim d^{-1/2}$ ), но все еще слишком малым, чтобы ЗГ процессы доминировали над внутризеренной деформацией, когда  $\sigma \sim d^{-1}$ .

4. При низких температурах ( $\lesssim 180$  К) с уменьшением размера зерна до наномасштабных значений на зависимостях  $\sigma_{0,2}(d^{-1/2})$  обнаружено отклонение экспериментальных значений  $\sigma_{0,2}$  от линейности в сторону увеличения предела текучести. Низкотемпературная особенность зернограничного упрочнения объясняется

с использованием теоретических моделей, согласно которым в условиях зависимости диаметра дислокационной петли от размера наномасштабного зерна, напряжение зарождения дислокаций на межзеренной границе обратно пропорционально размеру зерна  $\sigma \sim 1/d$ . Определен критический размер зерна  $d_{nc}$  смены механизма ЗГ упрочнения. Чем выше температура, тем меньше размер зерна  $d_{nc}$ , когда может быть реализована зависимость  $\sigma(d^{-1})$ . При увеличении размера зерна механизм изменяется на тот, согласно которому зарождение дислокаций происходит на уступах ГЗ, а напряжение зарождения отвечает соотношению типа Холла–Петча  $\sigma(d^{-1/2})$ .

1. E.O. Hall, Proc. *Phys. Soc. London B* **64**, 747 (1951).
2. N.J. Petch, *J. Iron Steel Inst.* **174**, 25 (1953).
3. N. Behnood, R.M. Douthwaite, and T. Evans, *Acta Metall.* **28**, 1133 (1980).
4. B.P. Kashyap and K. Tanger, *Acta Mater.* **45**, 2383 (1997).
5. D.A. Konstantinidis and E.C. Aifantis, *Nanostruct. Mater.* **10**, 1111 (1998).
6. A.V. Sergueeva, V.V. Stolyarov, R.Z. Valiev, and A.K. Mukherjee, *Scripta Mater.* **45**, 747 (2001).
7. Г.А. Малыгин, *ФТТ* **49**, 961 (2007).
8. P. Liempt, C. Bos, and J. Sietsma, *Mater. Sci. Eng. A* **652** (2016).
9. S. Cheng, J.A. Spencer, and W.W. Milligan, *Acta Mat.* **51**, 4505 (2003).
10. D.J. Dunstan and A.J. Bushby, *Int. J. Plast.* **53**, 56 (2014).
11. В.А. Москаленко, А.Р. Смирнов, А.В. Москаленко, *ФНТ* **35**, 1160 (2009) [*Low Temp. Phys.* **35**, 905 (2009)].
12. J.L. Milner, F. Abu-Fahra, C. Bunget, T. Kurfess, and V. Hammond, *Mater. Sci. Eng. A* **561**, 109 (2013).
13. Y.K. Li, F. Liu, G.P. Zheng, D. Pan, Y.H. Zhao, and Y.M. Wang, *Mater. Sci. Eng. A* **573**, 141 (2013).
14. P. Luo, Q. Hu, and X. Wu, *Metall. Mater. Trans. A* **47**, 1921 (2016).
15. S.V. Zherebtsov, G.S. Dyakonov, A.A. Salem, V.I. Sokolenko, G.A. Salishchev, and S.L. Semiatin, *Acta Mater.* **61**, 1167 (2013).
16. A.R. Smirnov and V.A. Moskalenko, *ФММ* **66**, 799 (1988) [*Phys. Metals Metalogr.* **66**, 162 (1988)].
17. V.A. Moskalenko and A.R. Smirnov, *Mater. Sci. Eng. A* **246**, 282 (1998).
18. A.V. Rusakova, S.V. Lubenets, L.S. Fomenko, V.A. Moskalenko, and A.R. Smirnov, *ФНТ* **41**, 835 (2015) [*Low Temp. Phys.* **41**, 649 (2015)].
19. В.А. Москаленко, А.Р. Смирнов, Р.В. Смолянец, *ФНТ* **40**, 1071 (2014) [*Low Temp. Phys.* **40**, 837 (2014)].
20. Р.В. Смолянец, В.А. Москаленко, *ФНТ* **43**, 1400 (2017) [*Low Temp. Phys.* **43**, 837 (2017)].
21. В.А. Москаленко, В.Д. Нацик, В.Н. Ковалева, В.В. Пустовалов, С.Э. Шумилин, *ФНТ* **22**, 1459 (1996) [*Low Temp. Phys.* **22**, 1108 (1996)].

22. V.A. Moskalenko, V.D. Natsik, and V.N. Kovaleva, *Mater. Sci. Eng. A* **309–310**, 173 (2001).
23. V.N. Kovaleva and V.A. Moskalenko, *Cryogenics* **29**, 1002 (1989).
24. 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).
25. A.W. Thomson, *Met. Trans. A* **8**, 833 (1977).
26. J.G. Sevillano, P. Houtte, and E. Aernoudt, *Prog. Mater. Sci.* **25**, 69 (1981).
27. 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).
28. А.В. Нохрин, В.Н. Чувильдеев, Е.С. Смирнова, О.Э. Пирожникова, Н.В. Мелехин, Ю.Г. Лопатин, А.В. Щавлева, В.И. Копылов, *Механические свойства нано- и микрокристаллических металлов*, НГГУ, Нижний Новгород (2007).
29. R.Z. Valiev, N.A. Enikeev, and T.G. Langdon, *Kovove Mater.* **49**, 1 (2011).
30. S.A. Firstov, T.G. Rogul, and O.A. Shut, *Functional Mater.* **16**, 4 (2009).
31. H.J. Choi, S.W. Lee, J.S. Park, and D.H. Bae, *Mater. Trans.* **50**, 640 (2009).
32. R.A. Masumura, P.M. Hazzledine, and C.S. Pande, *Acta Mater.* **46**, 4527 (1998).
33. A.V. Sergueeva, V.V. Stolyarov, R.Z. Valiev, and A.K. Mukherjee, *Scripta Mater.* **45**, 747 (2001).
34. K.S. Kumar, H. Van Swygenhoven, and S. Suresh, *Acta Mater.* **51**, 5743 (2003).
35. M.A. Meyers, A. Mishra, and D.J. Benson, *JOM* **58**(4), 41 (2006).
36. F. Louchet, J. Weiss, and T. Richeton, *Phys. Rev. Lett.* **97**, 075504 (2006).
37. A. Godon, J. Creus, S. Cohendoz, E. Conforto, X. Feauas, P. Girault, and C. Saval, *Scripta Mater.* **62**, 403 (2010).
38. С.А. Фирстов, Т.Г. Рогуль, В.Л. Свечников, *Металлофиз. и новейш. технол.* **25**, 1153 (2003).
39. A. Lasalmonie and J.L. Strudel, *J. Mater. Sci.* **21**, 1837 (1986).
40. T.T. Zhu, A.J. Bushby, and D.J. Dunstan, *Mater. Technol.* **23**, 193 (2008).
41. M. Kato, *Mater. Trans.* **19**, 55 (2014).
42. Z.C. Cordero, B.E. Knight, and C.A. Schuh, *Intern. Mater. Rev.* 1–18 (2016).
43. N. Hansen, *Scripta Mater.* **51**, 801 (2004).
44. J.D. Eshelby, F.C. Frank, and F.R.N. Nabarro, *Philos. Mag.* **42**, 351 (1951).
45. J.C.M. Li and Y.T. Chou, *Metall. Trans.* **1**, 1143 (1970).
46. Е.Ф. Дударев. *Микропластическая деформация и предел текучести поликристаллов*. Изд-во ТГУ, Томск (1988).
47. L.E. Murr, *Appl. Phys. Lett.* **24**, 533 (1974).
48. В.Н. Ковалева, В.А. Москаленко, В.И. Старцев, *ФММ* **52**, 391 (1981).
49. J.C.M. Li, *TMS-AIME* **227**, 239 (1963).
50. E. Hornbogen, *Trans. ASM* **56**, 16 (1963).
51. K.-H. Chia, K. Jung, and H. Conrad, *Mater. Sci. Eng. A* **409**, 32 (2005).
52. J.C.M. Li, *J. Appl. Phys.* **32**, 525 (1961).
53. M.F. Ashby, *Philos. Mag.* **21**, 399 (1971).
54. U.F. Kocks, *Metall. Trans.* **1**, 1121 (1970).
55. J.P. Hirth, *Metall. Trans.* **3**, 3047 (1972).
56. G. Langford and M. Cohen, *Metall. Trans.* **1**, 1478 (1970).
57. H. Conrad and K. Jung, *Mater. Sci. Eng. A* **406**, 78 (2005).
58. J.C.M. Li and G.C.T. Liu, *Philos. Mag.* **15**, 1059 (1967).
59. A.R. Smirnov and V.A. Moskalenko, *Proceedings of the XIIth Conf. on Applied Crystallography, Cieszyn (Poland), 23–27 Aug. 1988*, Z. Bojarski, T. Bold, and H. Krzton (eds.), Silesian Univer., Katowice (1988), Vol. 1, p. 219.
60. А.Р. Смирнов, В.А. Москаленко, *ФММ* **66**, 799 (1988).
61. А.Р. Смирнов, В.А. Москаленко, *Металлофизика* **14**, 9 (1992).
62. B. Blanckenhagen, P. Gumbsch, and E. Arzt, *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.* **9**, 157 (2001).
63. S. Ichikawa, K. Miyazawa, H. Ichinose, and K. Ito, *Nanostr. Mater.* **11**, 1301 (1999).
64. M. Legros, B.R. Elliott, M.N. Rittner, J.R. Weertman, K.J. Hemker, *Philos. Mag. A* **80**, 1017 (2000).
65. G.M. Cheng, W.W. Jian, W.Z. Xu, H. Yuan, P.C. Millet, and Y.T. Zhu, *Mater. Res. Lett.* **1**, 26 (2013).
66. M. Hommel and O. Kraft, *Acta Mater.* **49**, 3935 (2001).
67. V. Yamakov, D. Wolf, S.R. Phillpot, A.K. Mukherjee, and H. Gleiter, *Philos. Mag. Lett.* **83**, 385 (2003).
68. R.J. Asaro, P. Krysyl, and B. Kad, *Phil. Mag. Lett.* **83**, 733 (2003).
69. X.Z. Liao, *Appl. Phys. Lett.* **84**, 3564 (2004).
70. V. Yamakov, D. Wolf, S.R. Phillpot, A.K. Mukherjee, and H. Gleiter, *Nature Mater.* **3**, 43 (2004).
71. V.A. Moskalenko, A.R. Smirnov, Yu.M. Plotnikova, I.S. Braude, and R.V. Smolianets, *Mater. Sci. Eng. A* **700**, 707 (2017).
72. Ю.М. Погрибная, В.А. Москаленко, И.С. Брауде, *ФНТ* **44**, 580 (2018) [*Low Temp. Phys.* **44**, 444 (2017)].

Низькотемпературна особливість  
зернограничного зміцнення нанокристалічного  
титана

Р.В. Смолянец, В.А. Москаленко

При розтягуванні полікристалів титана в інтервалі температур 4,2–395 К вивчено залежності їх межі текучості  $\sigma_{0,2}$  від розміру зерна, що змінюється в мікро- та нанометрових діапазонах. Виявлено, що при температурах нижче  $\sim 180$  К залежності  $\sigma_{0,2}(d)$  не описуються класичним співвідношенням Холла–Петча, відхиляючись при нанометрових розмірах  $d$  в бік більш високих значень  $\sigma_{0,2}$ . Особливості зернограничного зміцнення, які спостерігаються при низьких температурах, пояснюються з використанням теоретичних моделей, згідно з якими у нанометровому діапазоні розмірів зерен діаметр дис-

локаційної петлі, що зароджується на границі зерна, є пропорційним  $d$ , а напруження зародження  $\sigma \sim 1/d$ . Одержано оцінку критичного значення розміру зерна  $d_{nc}$ , нижче якого виконується співвідношення  $\sigma_{0,2} \sim 1/d$ . Встановлено, що з підвищенням температури експерименту значення  $d_{nc}$  зменшується.

Ключові слова: зернограничне зміцнення, співвідношення Холла–Петча, низькі температури, нанокристалічний титан VT1-0.

#### Low-temperature feature of grain-boundary hardening of nanocrystalline titanium

R.V. Smolianets and V.A. Moskalenko

The dependencies of the yield strength  $\sigma_{0,2}$  of titanium on the grain size  $d$ , varying in the micro and nanometer ranges, under

tension in the temperature range 4.2–395 K was studied. It was found that at temperatures below  $\sim 180$  K, the dependencies of  $\sigma_{0,2}(d)$  are not described by the classical Hall–Petch relation, deviating at the nanometer size  $d$  towards higher voltages. The features of grain boundary hardening observed at low temperatures are explained using theoretical models, according to which in the nanometer range of grains the diameter of the dislocation loop originating at the grain boundary is proportional to  $d$ , and the nucleation stress  $\sigma \sim 1/d$ . An estimate of the critical value of  $d_{nc}$  was obtained, below which the ratio  $\sigma_{0,2} \sim 1/d$  holds at a fixed temperature. It is established that with an increase in the temperature of the experiment, the value of  $d_{nc}$  decreases.

Keywords: grain boundary hardening, Hall–Petch relationship, low temperatures, nanocrystalline titanium VT1-0.