

05.1

## Размерные эффекты в твердости в поликристаллическом ниобии

© Ю.И. Головин, М.Г. Исаенкова, О.А. Крымская, В.М. Васюков,  
Р.А. Столяров, А.В. Шуклинов, Л.Е. Поляков

НОЦ „Нанотехнологии и наноматериалы“ ГОУ ВПО „Тамбовский  
государственный университет имени Г.Р. Державина“

E-mail: golovin@tsu.tmb.ru

Московский инженерно-физический институт

E-mail: isamarg@mail.ru

Поступило в Редакцию 23 ноября 2009 г.

Методами индентирования исследован размерный эффект в твердости поликристаллического Nb. Установлена зависимость твердости от размеров отпечатка в широком диапазоне его глубины (от 20 nm до 70  $\mu\text{m}$ ).

Применение и производство Nb в последнее время быстро возрастают, что обусловлено сочетанием таких его свойств, как тугоплавкость, малое сечение захвата тепловых нейтронов, способность образовывать жаропрочные, сверхпроводящие и другие специальные сплавы, коррозионная стойкость, низкая работа выхода электронов, хорошая обрабатываемость давлением и свариваемость. Из чистого Nb или его сплавов изготавливают детали летательных аппаратов, оболочки для урановых и плутониевых тепловыделяющих элементов, детали электрических конденсаторов, контейнеры и трубы для жидких металлов, „горячую арматуру“ для мощных электронных и генераторных ламп (аноды, катоды, сетки и др.), коррозионно-устойчивую аппаратуру для химической промышленности.

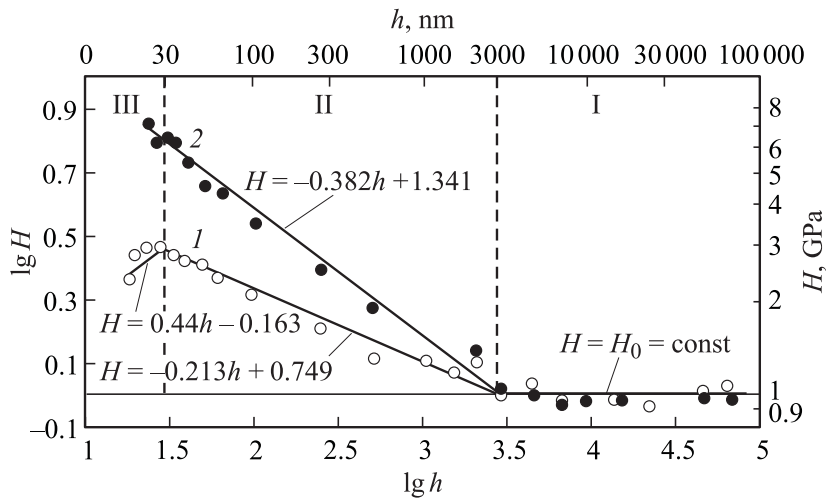
Известно, что при глубоком (на много порядков величины) уменьшении характерных размеров  $R^*$  объекта или порции вещества хотя бы в одном из трех измерений их свойства перестают быть инвариантными относительно  $R^*$ . Размерные эффекты (РЭ) — значительные изменения свойств материалов при уменьшении  $R^*$  — могут носить самый различный характер: растущий, падающий, осциллирующий и др. [1]. В механических свойствах, в частности в твердости, РЭ в разных диапазонах  $R^*$  могут иметь различную природу, чему отвечает наличие

на зависимости  $H(h)$  нескольких участков (здесь  $H$  — твердость,  $h$  — глубина отпечатка, характеризующая размеры области локальной пластической деформации) [2].

Цель данной работы заключалась в исследовании РЭ в твердости поликристаллического Nb (средний размер зерен  $\sim 1 \mu\text{m}$ ) методами макро-, микро- и наноиндентирования в широком диапазоне глубины отпечатка  $h$  (а следовательно, объема сдеформированной области) от 20 nm до 70  $\mu\text{m}$ .

В эксперименте использовали образцы Nb чистотой 99.9%. Измерение  $H$  в макро- и микрошкале проводили на твердомерах Duramin A300 и ПТМ 3М в диапазоне нагрузок на индентор 1–100 Н и 0.1–1 Н соответственно, а нанотвердости — на наноиндентометре G200 фирмы MTS (США) в диапазоне нагрузок на индентор 0.015–2 Н. Полученные зависимости  $H(h)$  были аппроксимированы тремя (химически полированный образец) и двумя (механически полированный образец) линейными участками (см. рисунок). Каждая точка на графике является усреднением 10 отдельных значений в области  $h > 3000 \text{ nm}$  и 20–30 — в области  $30 \text{ nm} \leq h \leq 3 \mu\text{m}$ .

При разных нагрузках и размерах отпечатка РЭ обусловлены различными причинами. В макрообласти I, где  $h > 3000 \text{ nm}$ , РЭ в твердости отсутствовал ( $H = \text{const}$ ). Этот результат не зависел от способа полировки образца. Согласно [3], размерные эффекты при индентировании возникают в случае, когда характерные размеры области деформации (например, диаметр образца, толщина пленки, глубина отпечатка и т.п.) становятся меньше некоторой характерной длины  $l^* \approx 1–10 \mu\text{m}$ . Она определяется взаимодействием дислокаций в скоплениях и с границами зерен [4]. В области II ( $30 \text{ nm} \leq h \leq 3 \mu\text{m}$ ) выявлен рост  $H$  при уменьшении  $h$  для образцов. Коэффициент наклона  $k$  зависимости  $\lg H = f(\lg h)$  был существенно меньше, чем в соотношении Холла–Петча ( $k = 0.5$ ), и зависел от вида полировки (см. рисунок). Большая твердость механически полированного образца и больший наклон ( $k = -0.382$  против  $k = -0.213$  в химически полированном образце) обусловлены наклепом приповерхностного слоя. Такой ход зависимостей  $H(h)$  может быть следствием зарождения геометрически необходимых дислокаций в условиях роста градиента деформации при уменьшении  $h$  [5]. Падение  $H$  при  $h \leq 30 \text{ nm}$  (область III,  $k = 0.44$ ) наблюдалось только для образца, подготовленного методом химической полировки. Оно может быть вызвано активизацией недислокационных



Размерные зависимости твердости в двух образцах поликристаллического Nb (средний размер зерен  $\sim 1 \mu\text{m}$ ). 1 — химически полированная поверхность, 2 — механически полированная поверхность.  $H_0$  — макротвердость.

механизмов пластичности, реализующихся через процессы зарождения и движения неравновесных точечных дефектов тем более эффективные, чем меньше  $h$  [6]. Альтернативой может быть образование нанокристаллической структуры под индентором в результате сильной локальной деформации с последующим проскальзыванием и поворотом зерен [7], которые в литературе предлагается описывать на основе диффузионно-дислокационных [8] и дислокационно-дисклинационных моделей [9]. Они также предсказывают падение напряжений пластической деформации по мере уменьшения характерных размеров структуры.

Таким образом, в работе выявлена немонотонная зависимость твердости Nb в диапазоне характерных размеров от десятков нанометров до  $70 \mu\text{m}$  и установлены границы размерных эффектов разного типа.

Работа выполнена при поддержке Аналитической ведомственной целевой программы „Развитие научного потенциала высшей школы (2009–2010)“ (проект № 2643) и грантов „Carl Zeiss“ и РФФИ № 07-02-00906а.

## Список литературы

- [1] Головин Ю.И. Введение в нанотехнику. М.: Машиностроение, 2008. 496 с.
- [2] Manika I., Maniks J. // Acta Mater. 2006. V. 54. P. 2049–2056.
- [3] Nix W.D., Gao H. // J. Mech. Phys. Solids. 1998. V. 46. N 3. P. 411–425.
- [4] Конева Н.А., Козлов Э.В. // Перспективные материалы. Т. III. Наноматериалы технического и медицинского значения / Под ред. Д.Л. Мерсона. Тольятти: ТГУ, МИСиС, 2009. С. 55–140.
- [5] Fleck N.A., Hutchinson J.W. // J. Mech. Phys. Solids. 1993. V. 41. P. 1825–1857.
- [6] Головин Ю.И. Наноиндентирование и его возможности. М.: Машиностроение, 2009. 312 с.
- [7] Андриевский Р.А., Глезер А.М. // УФН. 2009. Т. 179. № 4. С. 337–358.
- [8] Колобов Ю.Р. Диффузионно контролируемые процессы на границах зерен и пластичность металлических поликристаллов. Новосибирск: Наука, СО РАН, 1998. 184 с.
- [9] Romanov A.E., Kolesnikova A.L., Ovid'ko I.A., Aifantis E.C. // Materials Science & Engineering. 2009. V. A503. P. 62–67.