

## Влияние поперечного размера образцов с микро- и нанозеренной структурой на предел текучести и напряжение течения

© Г.А. Малыгин

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,  
Санкт-Петербург, Россия

E-mail: malygin.ga@mail.ioffe.ru

(Поступила в Редакцию 6 сентября 2011 г.)

В рамках дислокационно-кинетического подхода теоретически рассмотрены эффекты снижения прочности и отклонения от соотношения Холла–Петча при пластической деформации образцов с микро- и нанозеренной структурой при уменьшении размера их поперечного сечения. Анализ основывается на кинетическом уравнении для плотности дислокаций, которое учитывает, что поверхность образца является источником и стоком для дислокаций, а границы зерен — барьерами, ограничивающими длину свободного пробега дислокаций. Найдено, что если отношение поперечного размера образца  $D$  к размеру зерна  $d$  становится меньше 3, на зависимости предела текучести от размера образца появляется минимум как результат роста числа приповерхностных зерен, оказывающих слабое сопротивление пластической деформации вследствие ухода из них дислокаций через внешнюю поверхность тонкоразмерного образца. Минимум прочности в интервале  $d < D < 3d$  является следствием конкуренции и нелинейного взаимодействия размерных факторов  $D$  и  $d$ .

### 1. Введение

Прочность и пластические свойства кристаллических материалов, в частности металлических, зависят от размеров деформируемых образцов и составляющих материал структурных единиц. Размерный фактор начинает играть заметную роль и существенно увеличивает сопротивление материала пластической деформации, когда поперечный размер монокристаллов  $D$  [1–5] и размеры зерен  $d$  [6–9] или двойниковых ламелей  $\lambda$  [10–12] становятся меньше 1–10  $\mu\text{m}$ .

Эксперименты показывают, что предел текучести металлических микро- и нанокристаллов с уменьшением их поперечного сечения изменяется в соответствии с законом  $\sigma_y \sim D^{-n}$ , где  $n = 0.6–1.0$  [1–5]. В нанокристаллических (НК) и нанодвойникованных субмикрокристаллических материалах он подчиняется соотношению типа Холла–Петча (ХП)  $\sigma_y \sim d^{-1/2}$ ,  $\sigma_y \sim \lambda^{-1/2}$  [6–12]. При достижении рассматриваемыми размерами значений 10–20 nm сопротивление материала пластической деформации достигает максимума и приближается к теоретической прочности кристаллов при гомогенном сдвиге  $\mu/20–\mu/10$  [13] ( $\mu$  — модуль сдвига), составляя 1–10 GPa. Это на один-два порядка выше, чем пределы текучести крупноразмерных кристаллов и зерен. Указанным обстоятельством объясняется повышенный интерес исследователей к микро- и наноразмерным кристаллам и НК-металлам как перспективным материалам для минитюаризации различных систем и устройств медицины, робототехники, электроники и для других нанотехнологических приложений.

Эксперименты, выполненные на микро- [14] и нанокристаллах [15,16], показывают, что в отсутствие в исходном состоянии кристалла дефектов (дислокаций, границ зерен, двойников) его сопротивление пластической деформации практически не отличается от

теоретической прочности на сдвиг. Но прочность на сдвиг начинает заметно снижаться при наличии в наноразмерном (НР) или микроразмерном (МР) кристалле источников дислокаций [1–5] и поверхностных дефектов (ступенек [17] и концентраторов напряжений [18]), а в НК-материале — границ зерен и двойников, являющихся не только барьерами, но и источниками и стоками для дислокаций. Размерный эффект в нанокристаллическом материале возникает в результате конкуренции между этими процессами, а в случае МР- и НР-кристаллов — в результате конкуренции между эмиссией дислокаций из поверхностных источников и выходом дислокаций из тонкоразмерного кристалла через его поверхность.

Как видно из указанных выше работ, существуют два размерных эффекта при пластической деформации кристаллических материалов. Один из них связан с размером кристалла  $D$ , а второй — с наличием в деформируемом материале внутренних поверхностей: границ зерен или двойников с плотностью соответственно  $d^{-1}$  и  $\lambda^{-1}$ . Очевидно, что возможно совмещение и взаимодействие этих размерных факторов в одном образце. В настоящее время в этом направлении выполнен ряд исследований [19–24], из которых следует, что это взаимодействие действительно существует и приводит к новым размерным эффектам, а именно к нарушению соотношения ХП и снижению прочности микрокристаллических (МК) [19–21] и НК-металлов [23,24] при уменьшении толщины образцов  $D$  ниже некоторого значения, зависящего от размера кристаллитов  $d$  [19,21,23].

Целью настоящей работы является теоретический анализ этих эффектов в рамках дислокационно-кинетического подхода. Основу его составляют уравнения дислокационной кинетики и эволюции средней плотности дислокаций в пластически деформируемом НК-металле [8] или НР-кристалле [5,25].

## 2. Обзор экспериментальных данных

Влияние толщины образца на сопротивление поликристаллического материала пластической деформации было подробно исследовано в [19] на ряде ГЦК- (Al, Cu, сплав Cu–Al) и ОЦК-металлов ( $\alpha$ -Fe). Размеры зерен варьировались в пределах 16–180  $\mu\text{m}$ , а толщина образцов — в пределах 45–1800  $\mu\text{m}$ , так что число зерен по толщине образца  $N = D/d$  изменялось в диапазоне от 1 до 50. Было обнаружено сильное (примерно вдвое) снижение напряжения течения при уменьшении количества зерен в сечении начиная с некоторого значения  $N \approx 5$ –30, зависящего от металла, размера зерен и величины энергии дефектов упаковки, но не от величины пластической деформации образца. Электронно-микроскопическое исследование показало, что плотность дислокаций в зернах, непосредственно примыкающих к поверхности образца, значительно ниже, чем в зернах внутри его. Наблюдаемый размерный эффект снижения прочности поликристаллического агрегата авторы объясняют уменьшением упругого взаимодействия зерен при утонении образца вследствие роста относительного объема поверхностных зерен, слабо взаимодействующих со своими соседями.

В микрокристаллическом Al [20] при варьировании толщины плоских образцов  $D = 90$ –350  $\mu\text{m}$ , размера зерен  $d = 99$ –480  $\mu\text{m}$  и их числа по толщине  $N = 0.4$ –2.0 найдено, что при  $N < 1$  закон ХП для напряжения течения  $\sigma \sim d^{-1/2}$  не выполняется. Наблюдаемый эффект разупрочнения авторы объясняют ростом относительного числа поверхностных зерен, слабо упрочняющихся вследствие ухода из них дислокаций через свободную поверхность образца, а также уменьшением количества границ у поверхностных зерен как барьеров для дислокаций.

Аналогично предыдущей работе при варьировании толщины образцов МК-Ni в интервале 30–385  $\mu\text{m}$  и количества зерен в сечении  $N = 1.3$ –15 обнаружено, что при  $N < 3$  наблюдается нарушение соотношения ХП и снижение величины предела текучести [21]. Электронно-микроскопическое исследование показало, что плотность дислокаций в зернах у поверхности образца существенно меньше, чем в зернах в глубине образца. В [22] при растяжении микропроволок Ag диаметром 20–50  $\mu\text{m}$  найдено, что отклонение от соотношения ХП наступает при числе зерен в сечении  $N < 3$ , после чего вплоть до  $N = 0.5$  предел текучести не зависит от размера зерна, но зависит от диаметра проволоки  $D$ .

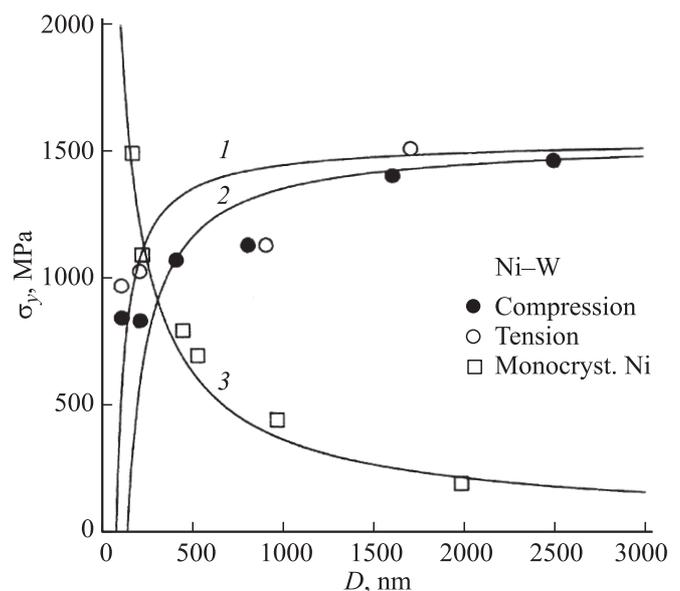
В [19–22] как размеры зерен, так и поперечные размеры образцов  $D$  находились в микронном диапазоне. Поэтому особый интерес представляют результаты [23], полученные при сжатии круглых и растяжении квадратных микро- и наностолбиков НК-сплава Ni–4 wt.% W с размером зерен 60 nm при варьировании поперечного размера столбиков  $D$  в пределах 100–2500 nm ( $N = 1.7$ –42). Результаты этого исследования приведены на рис. 1. Видно, что начиная примерно с  $D = 1600$  nm ( $N \approx 28$ )

предел текучести НК-сплава снижается и при толщине столбиков 100 nm составляет около половины своего значения при  $D > 1600$  nm.

Для сравнения на рис. 1 приведена также зависимость предела текучести при сжатии микро- и наностолбиков монокристаллического Ni при изменении их диаметра от 165 до 2000 nm [26]. Из сравнения этих данных видно, что при  $D > 200$  nm предел текучести сплава Ni–W вследствие зернограничного упрочнения (в соответствии с соотношением ХП) существенно превышает предел текучести микрокристаллов никеля. Видно также, что при  $D < 200$  nm доминирующим становится эффект размерного упрочнения нанобразцов.

На основании приведенных выше данных можно заключить, что связь и взаимодействие двух размерных факторов  $D$  и  $d$  действительно существуют и наблюдаются как в микро-, так и в нанодиапазоне размеров. К указанному следует добавить, что упрочняющий эффект границ зерен зафиксирован в бикристаллах Al диаметром 6  $\mu\text{m}$ : при одинаковых поперечных размерах напряжения течения в бикристаллах были выше, чем в монокристалле [27]. Электронно-микроскопическое исследование показало, что плотность дислокаций в деформированном бикристалле больше, чем в монокристалле, при той же степени пластической деформации. Это указывает на то, что граница зерен в бикристалле служит барьером для ухода дислокаций через его внешнюю поверхность и является, возможно, дополнительным источником дислокаций наряду с поверхностью бикристалла.

В другом исследовании [28], выполненном также на бикристаллах и монокристаллах алюминия толщиной



**Рис. 1.** Зависимость пределов текучести нанокристаллического сплава Ni–4 wt.% W [23] и наноразмерных кристаллов Ni [26] от поперечного размера образцов  $D$ . Кривые 1 и 2 построены согласно соотношениям (3) и (4), кривая 3 — согласно выражению (7).

430–1000 nm, установлено, что в обоих случаях напряжения течения подчиняются практически одной и той же зависимости  $D^{-n}$ , где  $n = 0.59–0.63$ , но величина напряжений течения в бикристалле несколько выше, чем в монокристалле того же поперечного размера.

### 3. Основные соотношения и результаты анализа

Как уже отмечалось во Введении, цель настоящей работы состоит в теоретическом анализе в рамках дислокационно-кинетического подхода эффекта снижения прочности и нарушения соотношения ХП в тонкоразмерных образцах с нанозеренной или микрозеренной структурой. Преимуществом дислокационно-кинетического подхода является возможность учесть влияние того или иного структурного фактора, в том числе и размерного, в кинетическом уравнении для средней плотности дислокаций в деформируемом материале. В [5,8,25] влияние размерных факторов  $D$  и  $d$  на прочность анализировалось в рамках указанного подхода раздельно. Далее рассматривается их совместное влияние на напряжение течения и соотношение ХП.

3.1. Напряжение течения. Кинетическое уравнение для плотности дислокаций  $\rho$  с учетом только  $d$ -фактора имеет вид [8]

$$\frac{d\rho}{d\gamma} = \frac{\beta}{bd} + k_f \rho^{1/2} - k_a \rho. \quad (1)$$

Здесь  $\gamma$  — величина сдвиговой деформации,  $\beta = 1$  — коэффициент, определяющий интенсивность накопления дислокаций в объеме зерен вследствие ограничения длины свободного пробега дислокаций размером зерна,  $k_f = \delta_f/b$  — коэффициент, определяющий интенсивность размножения дислокаций на дислокациях леса ( $bk_f = \delta_f \approx 10^{-2}$ ),  $b$  — модуль вектора Бюргерса,  $k_a$  — коэффициент аннигиляции винтовых дислокаций за счет механизма поперечного скольжения, определяющий интенсивность динамического отдыха деформируемого металла.

В НК-материале при размерах зерен  $d < 1–10 \mu\text{m}$  механизм размножения дислокаций на дислокациях леса не работает [6–8]. Поэтому, опуская в правой части уравнения (1) слагаемое  $k_f \rho^{1/2}$ , получаем после решения уравнения зависимость напряжения течения  $\sigma = m_T \alpha \mu b \rho^{1/2}$  от размера зерна и деформации растяжения (сжатия)  $\varepsilon = \gamma/m_T$  в виде следующего соотношения:

$$\sigma(\varepsilon) = m_T \alpha \mu \left( \frac{\beta b}{k_a d} \right)^{1/2} [1 - \exp(-m_T k_a \varepsilon)]^{1/2}, \quad (2)$$

где  $m_T$  — фактор Тейлора для поликристалла,  $\alpha$  — постоянная взаимодействия дислокаций. При  $\varepsilon_y = 0.2\%$  и  $m_T k_a \varepsilon_y \ll 1$  из (2) следует соотношение ХП для предела текучести  $\sigma_y = \sigma_{0.2} = K_H d^{-1/2}$ , где  $K_H = m_T^{3/2} \alpha \mu (\beta b \varepsilon_y)^{1/2}$  — коэффициент ХП. Уравнение (1) для плотности дислокаций и соотношение (2)

для напряжения течения предполагают, что толщина или диаметр деформируемых образцов достаточно велики, чтобы число барьеров  $N = D/d$  в виде границ зерен по толщине образца существенно превышало единицу.

В тонком образце в сечении может находиться одно зерно, что означает практически отсутствие в таком образце зернограницного упрочнения. Коэффициент  $\beta$  в (1) и (2) оказывается в этом случае близким к нулю, и напряжение течения в таком почти монокристаллическом образце будет контролироваться уже не  $d$ -, а  $D$ -фактором. В промежуточных случаях  $N \leq 1$  и  $N \gg 1$  объемная доля равноосных зерен, примыкающих непосредственно к поверхности образца круглого сечения, определяется формулой

$$\frac{\Delta S}{S} = \frac{(\pi/4)[D^2 - (D-d)^2]}{(\pi/4)D^2} = 1 - \left(1 - \frac{d}{D}\right)^2,$$

где  $\Delta S$  — общая площадь поверхностных зерен в поперечном сечении образца,  $S$  — площадь сечения. Из этой оценки видно, что при  $d \ll D$  доля поверхностных зерен мала,  $\Delta S/S \approx 2d/D \ll 1$ . В другом крайнем случае, когда  $d = D$ , она достигает единицы, и эффект зернограницного упрочнения отсутствует. Относительная доля зерен  $\beta = 1 - \Delta S/S$ , вносящая вклад в зернограницное упрочнение, зависит от соотношения  $d$ - и  $D$ -факторов. В образцах круглого, квадратного и плоского сечений она соответственно равна

$$\beta = (1 - d/D)^2, \quad (3a)$$

$$\beta = (1 - 2d/D)^2, \quad (3b)$$

$$\beta = 1 - 2d/D. \quad (3c)$$

При выводе соотношения (3c) предполагалось, что ширина плоского образца существенно больше его толщины и размера зерен.

С учетом (3) для напряжения течения (2) получаем уравнение

$$\sigma(\varepsilon, D, d) = m_T \alpha \mu b^{1/2} \left( \frac{\beta(D, d)}{k_a d} \right)^{1/2} \times [(1 - \exp(-m_T k_a \varepsilon))]^{1/2}. \quad (4)$$

Отсюда видно, что напряжение течения в соответствии с результатами [19–21,23] снижается с уменьшением поперечного сечения образца. На рис. 1 кривая 1 иллюстрирует зависимость напряжений течения ( $\varepsilon = 2\%$ ) от поперечного размера образцов  $D$  согласно соотношениям (3) и (4) при  $m_T = 3.05$ ,  $\alpha = 0.45$ ,  $b = 0.25 \text{ nm}$ ,  $\mu = 75 \text{ GPa}$  и  $k_a = 4$  для круглого образца сплава Ni-W, а кривая 2 — для квадратного. В пределах разброса данных обе зависимости качественно согласуются с экспериментом.

Уравнения для плотности дислокаций (1) и напряжений течения (4) не учитывают, что при равенстве размера зерен и поперечного размера образцов напряжения

течения не обращаются в нуль, как это демонстрируют кривые 1 и 2 на рис. 1, а имеют конечные значения, определяемые  $D$ -фактором. Кинетическое уравнение для плотности дислокаций в микро- и наноразмерных кристаллах с учетом только  $D$ -фактора имеет вид [5,25]

$$\rho \frac{d\rho}{d\gamma} = \frac{n_S}{bL_F} - \frac{m_e}{bD} \rho. \quad (5)$$

Первое слагаемое в правой части уравнения (5) определяют эмиссию дислокаций из поверхностных и приповерхностных дислокационных источников с плотностью  $n_S$  (где  $L_F$  — длина источника Франка–Рида (ФР)), а второе слагаемое — уход дислокаций из кристалла через его поверхность,  $m_e = \cos \varphi$ ,  $\varphi$  — угол между осью нагружения кристалла и нормалью к плоскости скольжения дислокаций.

Компьютерное моделирование работы дислокационных источников в НР- и МР-кристаллах показывает [29,30], что источники в них являются преимущественно однополюсными с характерной длиной  $L_F = L_S = \delta_S D$ , зависящей от поперечного размера кристалла. Одним концом они опираются на его свободную поверхность. Возникновение однополюсных источников является результатом отсечения (truncation [29]) поверхностью кристалла части петли, генерируемой двухполюсным источником. Параметр  $\delta_S < 1$  определяет влияние различных, в том числе технологических, факторов на плотность и интенсивность работы таких источников (см. раздел 4).

Число однополюсных источников ФР  $N_S$  по периметру плоскости скольжения равно  $\pi D/m_e L_S$ . Они распределены в поверхностном слое образца и занимают часть плоскости скольжения, равную

$$\begin{aligned} \Delta S &= (\pi/4m_e^2)[D^2 - (D - m_e L_S)^2] \\ &= (\pi/4m_e^2)[1 - (1 - m_e \delta_S)^2]D^2. \end{aligned}$$

Подставляя в (5) плотность источников  $n_S = N_S/\Delta S$ , получаем с учетом того, что  $L_F = \delta_S D$ , уравнение, в котором как эмиссия дислокаций, так и их уход из кристалла зависят от поперечного размера кристалла [5].

$$\rho \frac{d\rho}{d\gamma} = \frac{\eta_S}{bD^3} - \frac{m_e}{bD} \rho, \quad (6)$$

где  $\eta_S = 4m_e/\delta_S^2[1 - (1 - m_e \delta_S)^2]$ . При  $m_e \delta_S \ll 1$  имеем оценку параметра  $\eta_S \approx 2/\delta_S^3$ .

При множественном скольжении напряжение течения  $\tau = \alpha \mu b/l_\rho$  в приповерхностном слое тонкоразмерного кристалла определяется плотностью точек закрепления дислокаций  $l_\rho^{-1} = \rho^{1/2}$ , определяющих деформационное упрочнение дислокационных источников, где  $\alpha = (1/2\pi) \ln(L_S/b) \approx 0.5-1$ . Принимая далее во внимание, что на начальной стадии деформации в правой части уравнения (6) доминирует первый член, получаем с

учетом того, что при этом  $\rho \approx (2\eta_S \gamma/bD^3)^{1/2}$ ,  $\eta_S \approx 2/\delta_S^3$ , соотношение для предела текучести [5,25]

$$\sigma_y = K_y \mu \left(\frac{b}{D}\right)^{3/4}, \quad K_y = (\alpha/m_{Sm}) \left(\frac{4\epsilon_y}{m_{Sm} \delta_S^3}\right)^{1/4}, \quad (7)$$

где  $m_{Sm}$  — фактор Шмида. На рис. 1 кривая 3 демонстрирует зависимость напряжения  $\sigma_y$  от  $D$  согласно (7) при следующих значениях параметров для НР-кристаллов никеля:  $\alpha = 0.37$ ,  $m_{Sm} = 0.27$ ,  $\delta_S = 0.3$ ,  $\epsilon_y = 2 \cdot 10^{-2}$ ,  $K_y = 2.48$ ,  $b = 0.25$  nm,  $\mu = 75$  GPa.

В случае совмещения в одном нано- или микроразмерном образце обоих размерных факторов кинетическое уравнение для плотности дислокаций принимает вид

$$\rho \frac{d\rho}{d\gamma} = \frac{\eta_S}{bD^3} + \frac{\beta(D, d)}{bd} \rho - \frac{m_e}{bD} \rho - k_a \rho^2. \quad (8)$$

Первые два члена в правой части (8) связаны с ростом плотности дислокаций в образце, остальные два — с ее уменьшением из-за ухода дислокаций через поверхность образца и аннигиляции винтовых компонент дислокационных петель в зернах. Очевидно, что при больших сечениях образцов ( $D \gg d$ ) уравнение (8) переходит в уравнение (1) (считаем по-прежнему размер зерен достаточно малым, чтобы можно было пренебречь в (1) слагаемым  $k_f \rho^{1/2}$ ).

Решение уравнения (8) может быть найдено в неявной форме

$$\begin{aligned} -\frac{1}{2k_a} \left[ \left(1 + C(D, d)\right) \ln\left(1 - \frac{\rho}{\rho_1(D, d)}\right) \right. \\ \left. + \left(1 - C(D, d)\right) \ln\left(1 + \frac{\rho}{\rho_2(D, d)}\right) \right] = \gamma, \quad (9a) \end{aligned}$$

$$\rho_{1,2}(D, d) = \frac{1}{2k_a} [\pm B(D, d) + \Delta(D, d)],$$

$$C(D, d) = \frac{B(D, d)}{\Delta(D, d)}, \quad (9b)$$

$$B(D, d) = \frac{\beta(D, d)}{bd} - \frac{1}{bD},$$

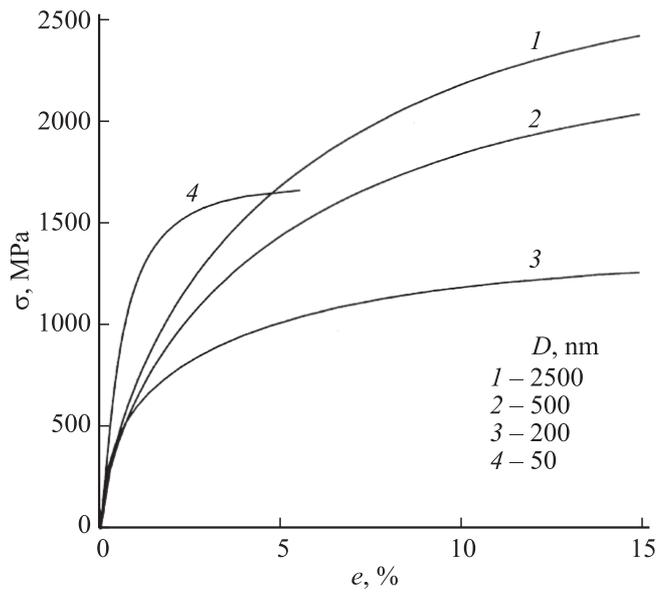
$$\Delta(D, d) = \left[ B(D, d)^2 + \frac{4\eta_S k_a}{bD^3} \right]^{1/2}. \quad (9c)$$

Для напряжений течения соответственно имеем соотношение

$$\sigma(\epsilon, D, d) = M \alpha \mu b \rho^{1/2}(\epsilon, D, d). \quad (10a)$$

Ориентационный фактор  $M$  в (10a) имеет комплексный характер и учитывает как нанокристалличность образца, так и его наноразмерность в соответствии с условиями

$$M = \begin{cases} m_T, & \text{если } D > d, \\ 1/m_{Sm}, & \text{если } D < d. \end{cases} \quad (10b)$$

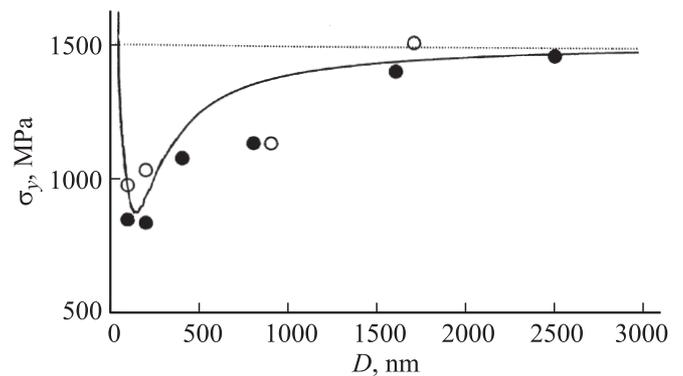


**Рис. 2.** Расчет согласно уравнениям (9) и (10) кривых напряжение–деформация образцов нанокристаллического сплава Ni–W с размером зерен  $d = 60 \text{ nm}$  при различных значениях диаметров образцов  $D$ .

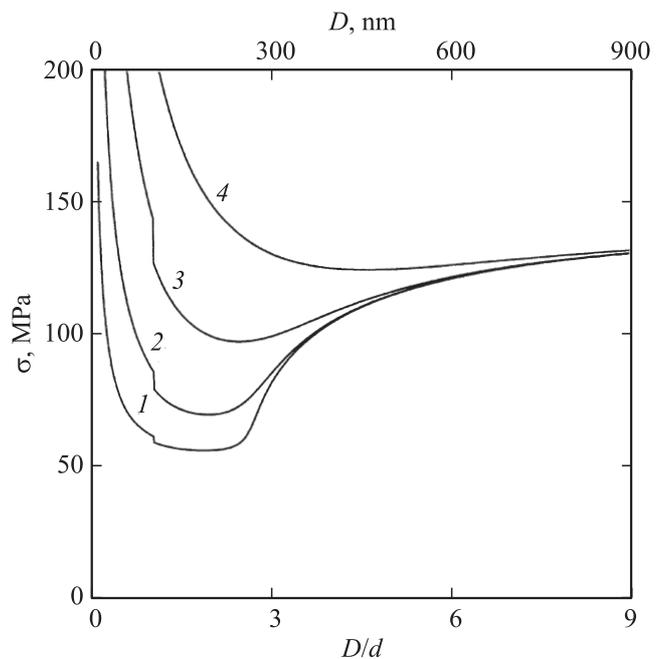
На рис. 2 кривые 1–4 демонстрируют результаты расчета согласно (9) и (10) зависимостей напряжений течения образцов из НК-сплава Ni–W с размером зерен  $d = 60 \text{ nm}$  от полной деформации образцов  $e = \varepsilon + \sigma/E$ , где  $\varepsilon = \gamma/M$ , для нескольких значений диаметров образцов  $D$  и  $m_{\text{Sm}} = 0.3$ ,  $\alpha = 0.38$ ,  $\eta_S = 20$ ,  $k_a = 4$ ,  $E = 200 \text{ GPa}$  — модуль Юнга. Видно, что до  $D \approx 200 \text{ nm}$  (кривые 1–3) утонение образцов в соответствии с данными [23] сопровождается снижением напряжений течения в результате роста относительного объема приповерхностных зерен, слабо упрочняющихся из-за ухода из них дислокаций. Но когда диаметр образца ( $D = 50 \text{ nm}$ , кривая 4) становится сравним с размером зерен  $d = 60 \text{ nm}$ , доминирующими становятся  $D$ -фактор и эмиссия дислокаций из поверхностных дислокационных источников. На рис. 3 кривая демонстрирует степень соответствия плотности дислокаций (9а) и напряжения течения (10а) при  $\varepsilon = 2\%$  результатам [23]. При построении кривой использовались те же значения коэффициентов и параметров  $\alpha$ ,  $\eta_S$  и  $k_a$ , что и при построении кривых на рис. 2.

В [22] при растяжении микропроволок Ag и варьировании числа зерен по сечению  $N = D/d$  от 0.5 до 50 найдено, что при  $N < 3$  наблюдается нарушение соотношения ХП, но эффект снижения напряжения течения отсутствует в отличие от результатов [19–21,23]. Вместо этого имеет место рост напряжения течения по мере утонения проволоки и уменьшения числа зерен в сечении с  $N = 3$  до 0.5. Очевидно, что при указанных значениях  $N$  в уравнении (8) и в выражении для напряжения (10а) доминирующими становятся  $D$ -фактор и эмиссия дислокаций из поверхностных источников.

Указанное доминирование может быть результатом более высокого значения параметра  $\eta_S = 2/\delta_S^3$  в Ag по сравнению со сплавом Ni–W. Для иллюстрации этого на рис. 4 приведены результаты расчета зависимости напряжения течения  $\sigma = \sigma_0 + \sigma_1$  от  $D$  (верхняя шкала) при размере зерен в образце  $d = 10 \mu\text{m}$  и разных значениях параметра  $\eta_S$ . Напряжение  $\sigma$  включает постоянную составляющую  $\sigma_0 = 50 \text{ MPa}$ , не зависящую от размерных факторов, и напряжение  $\sigma_1$  согласно уравнению (10а) для плотности дислокаций (9б)  $\rho_1(D, d, \eta_S) \gg \rho_2(D, d, \eta_S)$ . Расчет проводился при сле-



**Рис. 3.** Зависимость предела текучести нанокристаллического сплава Ni–W с размером зерен  $d = 60 \text{ nm}$  от толщины образцов  $D$  согласно соотношениям (9) и (10). Экспериментальные точки — данные [23] (обозначения точек те же, что на рис. 1).



**Рис. 4.** Вид зависимостей напряжений течения в МК-проволоке Ag от отношения диаметра проволоки  $D$  к размеру зерна  $d = 10 \mu\text{m}$  согласно уравнениям (9) и (10) при варьировании параметра  $\eta_S$  в широких пределах: 1 —  $10^2$ , 2 —  $10^3$ , 3 —  $10^4$ , 4 —  $10^5$ .

дующих коэффициентах и параметрах для Ag:  $\alpha = 0.5$ ,  $\mu = 26 \text{ ГПа}$ ,  $m_{\text{Sm}} = 0.27$  и  $k_a = 4$ . Как видно из рис. 4, с ростом величины параметра  $\eta_S$  глубина снижения напряжений течения становится все меньше и меньше (кривые 1–3) вследствие относительного увеличения объема поверхностных зерен, а при дальнейшем росте этого параметра (малой величине параметра  $\delta_S < 0.1$ , кривая 4) это снижение исчезает. Именно такая ситуация, по-видимому, имела место в работе [22] (см. далее).

Из приведенных на рис. 4 результатов (нижняя шкала) видно также, что влияние размерного фактора  $D$  на напряжение течения МК-серебра начинается при  $N = D/d \approx 6$  и становится решающим при  $N \approx 3$ , а при  $N < 1$  диаметр проволоки  $D$  полностью определяет ее напряжение течения. Полученные при расчете характерные значения числа приповерхностных зерен  $N = 1$  и 3 согласуются с результатами экспериментов [20–22]. Скачок напряжений при  $D = d$  и  $N = 1$  на кривых 1–3 на рис. 4 связан с изменением ориентационного фактора (10b) с  $m_T$  на  $m_{\text{Sm}}$ .

3.2. Нарушение соотношения ХП. В подразделе 3.1 анализировались данные по зависимости напряжений течения НК- и МК-образцов от их поперечного размера. Здесь проанализированы данные по зависимости этих напряжений от размера зерен  $d$  при различных поперечных размерах образцов  $D$ . К сожалению, систематических исследований в этом направлении пока мало. Наиболее детальными являются уже рассмотренные выше результаты исследования предела текучести микропроволок Ag [22]. На рис. 5 они приведены в координатах  $\sigma - d$ , а на рис. 6 — в координатах ХП  $\sigma - d^{-1/2}$ .

Согласно данным рис. 5, при варьировании диаметра проволоки в интервале 20–40  $\mu\text{m}$  зависимость предела текучести от размера зерна исчезает при  $d > 15 \mu\text{m}$ . Для зерен  $d < 15 \mu\text{m}$ , как видно из рис. 6, эта зависимость

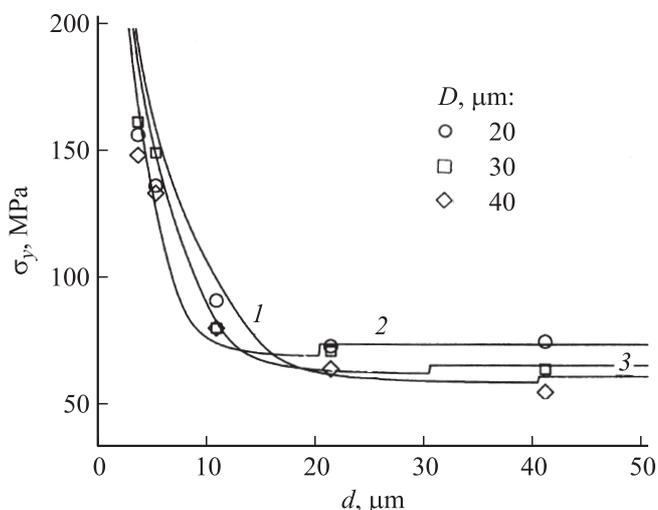


Рис. 5. Зависимость предела текучести МК-проволок Ag от размера зерна  $d$  при различных диаметрах проволочек  $D$  [22]. Кривые 1–3 — расчет согласно уравнениям (9b) и (10).

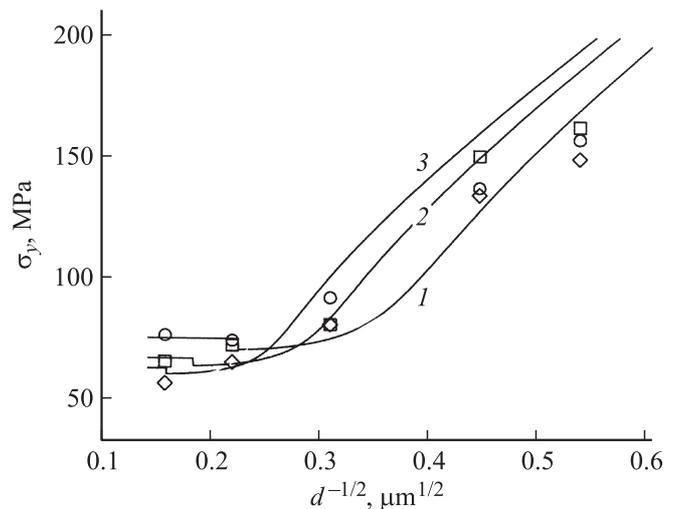


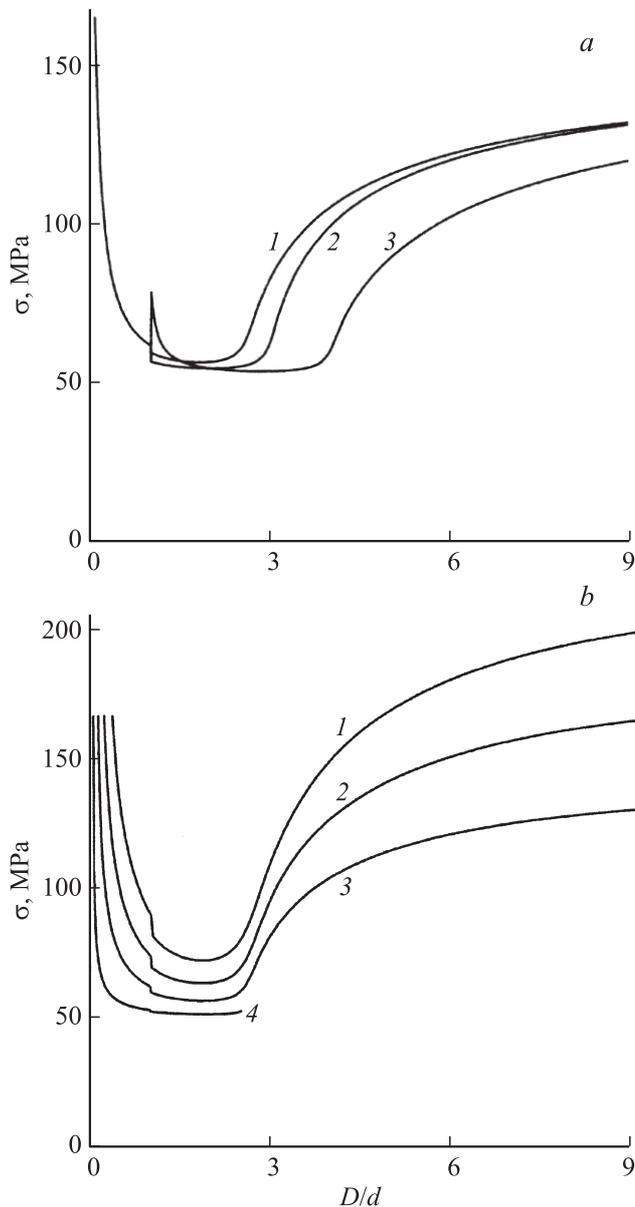
Рис. 6. Зависимость предела текучести МК-проволок Ag от размера зерна  $d$  при различных диаметрах проволочек  $D$  в координатах ХП [22]. Кривые 1–3 — расчет согласно уравнениям (9b) и (10). Обозначение точек и кривых то же, что на рис. 5.

может быть аппроксимирована соотношением ХП. Это означает, что отклонение от указанного соотношения наблюдается при характерных значениях числа приповерхностных зерен  $N \approx 1-3$ . Кривые на рис. 5 и 6 иллюстрируют результаты расчета напряжений течения от размера зерна согласно уравнениям (9b) и (10) при  $\eta_S = 2 \cdot 10^3$  ( $\delta_S = 0.1$ ) для проволочек серебра различного диаметра при указанных выше коэффициентах и параметрах.

#### 4. Обсуждение результатов

Как было продемонстрировано выше, в рамках дислокационно-кинетического подхода удастся понять имеющиеся на данный момент факты и особенности, касающиеся влияния внешних размеров микро- и нанокристаллических образцов на их предел текучести и напряжение течения. Согласно результатам анализа, взаимодействие размерных факторов  $D$  и  $d$  имеет нелинейный характер и не может быть сведено к простому суммированию связанных с ними эффектов в диапазоне размеров  $D \approx (1-3)d$  (рис. 4), где это взаимодействие наиболее интенсивно протекает. Следует отметить, что форма поперечного сечения образцов не оказывает заметного влияния на характер зависимостей  $\sigma - D/d$ . Для иллюстрации этого на рис. 7, а приведены результаты расчета напряжения  $\sigma = \sigma_0 + \sigma_1(D, d, \eta_S)$  при  $\eta_S = 100$  для МК-серебра с круглой, квадратной и плоской формой поперечного сечения при размере зерен  $d = 10 \mu\text{m}$ .

В качестве еще одного примера на рис. 7, б показаны результаты расчета напряжения  $\sigma$  при варьировании размера зерен от 3 до 40  $\mu\text{m}$ . При характерном значении числа зерен  $N \approx 3$  на кривых на рис. 4 и 7 появляется



**Рис. 7.** Вид зависимостей напряжений течения в МК-Ag от отношения размера образцов  $D$  к размеру зерен  $d$  согласно уравнениям (9) и (10) при варьировании формы поперечного сечения (1 — круглое, 2 — плоское, 3 — квадратное) (a) и размера зерен ( $d, \mu\text{m}$ : 1–3, 2 — 5, 3 — 10, 4 — 40  $\mu\text{m}$ ) (b).

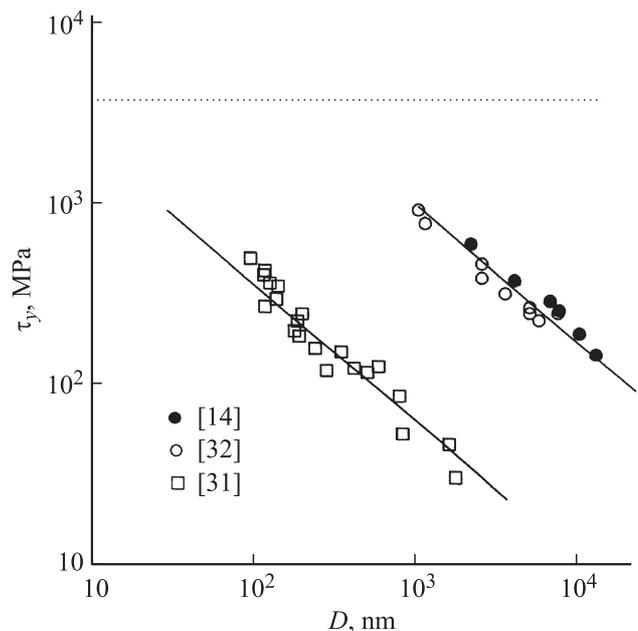
плато как результат конкуренции  $D$ - и  $d$ -факторов. Началу плато соответствует обращение в соотношениях (9) комплексного фактора  $B(D, d)$  в нуль. Согласно (9с), это характерное значение числа зерен в образцах с круглой, квадратной и плоской формой поперечного сечения равно соответственно 2.6, 4.0 и 3.0.

Как уже отмечалось (рис. 4), существенное влияние на прочность микро- и наноразмерных моно- и поликристаллических образцов оказывает величина параметра  $\eta_S = 2/\delta_S^3$ , связанная с эффективной критической длиной  $L_S = \delta_S D$  и плотностью  $n_S = 1/\delta_S^2 D^2$  однополюсных

поверхностных и приповерхностных дислокационных источников. Есть основания предполагать, что величина параметров  $\eta_S$  и  $\delta_S$  зависит от качества (дефектности) поверхности образцов и определяется технологией получения микро- и наноразмерных моно- и поликристаллов.

На рис. 8 приведены данные по зависимости величины сдвигового напряжения  $\tau_y$  в нано- [31] и микрокристаллах [14,32] меди от размера их поперечного сечения. Из сравнения этих данных можно заключить, что сдвиговая прочность кристалла определяется не только размером его поперечного сечения, но и другими факторами. Видно, что при одном и том же размере сечения  $D \approx 10^3 \text{ nm}$  прочность нанокристаллов Cu [31] на порядок ниже, чем прочность микрокристаллов („усов“) той же меди [14,32].

Нанокристаллы меди в виде столбиков высотой несколько микрометров были получены в [31] методом травления поверхности кристалла фокусированным ионным пучком (ФИП), что предполагает появление в приповерхностном слое микростолбиков дефектов в виде призматических петель [16,33], способных в результате реакций с подвижными дислокациями образовывать источники дислокаций. В [14] микрокристаллы („усы“) меди были получены путем осаждения атомов меди из газовой фазы и поэтому обладали более совершенной поверхностью, чем нанокристаллы [31]. Что касается микрокристаллов Cu в виде микробалочек [32], то они так же, как и в [31], изготовлены методом ФИП, но он сочетался с электрополировкой поверхности для удаления дефектов. Эти меры привели к высокой прочности микробалочек, которая, как и при растяжении



**Рис. 8.** Зависимость величины сдвигового напряжения  $\tau_y$  в микрокристаллах [14,32] и нанокристаллах [31] Cu от их поперечного размера. Пунктир — теоретическая прочность Cu при гомогенном сдвиге [13].

медных „усов“ [14], определялась в рассматриваемом случае не номинальным градиентом пластической деформации [5,32], а размерным фактором  $D$  и высоким качеством поверхности кристалла.

На рис. 8 прямые демонстрируют результат аппроксимации данных [14,31,32] уравнением (7), записанным для сдвиговых напряжений,

$$\tau_y = K_y \mu \left( \frac{b}{D} \right)^{3/4}, \quad K_y = \alpha \left( \frac{4\epsilon_y}{m_{Sm} \delta_S^3} \right)^{1/4}. \quad (11)$$

Для приведенных на рис. 8 данных соотношение между сдвиговой прочностью  $\tau_y^{(n)}$  НР- и  $\tau_y^{(m)}$  МР-кристаллов определяется, согласно (11), относительной величиной коэффициентов  $K_y^{(n)}$  и  $K_y^{(m)}$ . В результате получаем следующее соотношение между параметрами  $\delta_S^{(n)}$  и  $\delta_S^{(m)}$ :

$$\delta_S^{(n)} = \left( \frac{m_{Sm}^{(n)}}{m_{Sm}^{(m)}} \right)^{1/3} \left( \frac{K_y^{(m)}}{K_y^{(n)}} \right)^{4/3} \delta_S^{(m)}. \quad (12)$$

При  $\tau_y^{(m)}/\tau_y^{(n)} = K_y^{(m)}/K_y^{(n)} = 10$  и  $m_{Sm}^{(m)} = 0.41$ ,  $m_{Sm}^{(n)} = 0.27$  находим, что  $\delta_S^{(n)} \approx 25\delta_S^{(m)}$ .

Таким образом, в более дефектных НР-кристаллах меди эффективная длина источников ФР на порядок выше, чем в более совершенных микроразмерных медных „усах“. Принимая далее во внимание, что коэффициент  $K_y^{(m)}$  в МР-меди равен  $\sim 10$ , получаем согласно (11) при  $\alpha = 0.45$ ,  $b = 0.26$  nm,  $\mu = 48$  GPa и  $\epsilon_y = 0.2\%$  абсолютные значения параметров  $\delta_S^{(m)} \approx 5 \cdot 10^{-3}$  и  $\delta_S^{(n)} \approx 0.12$ . Столь малые значения этого параметра в МР-кристалле („усе“) меди указывают, что источники дислокаций находятся на самой поверхности кристалла в виде ступенек атомных размеров, этим же обстоятельством объясняется их высокая локальная плотность  $n_S = 1/\delta_S^2 D^2$ .

## 5. Заключение

Таким образом, дислокационно-кинетический подход позволяет понять и количественно проанализировать основные имеющиеся на данный момент факты и особенности, касающиеся влияния внешних размеров микро- и нанокристаллических образцов металлов с границей трированной кубической решеткой на их сопротивление пластической деформации, а именно эффект снижения предела текучести и отклонение от соотношения ХП при уменьшении поперечного сечения НК- и МК-образцов до характерных значений  $D \approx (2.6-4)d$ .

## Список литературы

- [1] M.D. Uchic, P.A. Shade, D.M. Dimiduk. *Ann. Rev. Mater. Res.* **39**, 361 (2009).
- [2] G. Dehm, *Progr. Mater. Sci.* **54**, 664 (2009).
- [3] T. Zhu, J. Li. *Progr. Mater. Sci.* **55**, 710 (2010).
- [4] J.R. Greer, J.T. De Hosson. *Progr. Mater. Sci.* **56**, 654 (2011).

- [5] Г.А. Малыгин. *УФН*, **181**, 1129 (2011).
- [6] M.A. Meyers, A. Mishra, D.J. Benson. *Progr. Mater. Sci.* **51**, 427 (2006).
- [7] M. Dao, L. Lu, R.J. Asaro, J.T. De Hosson. *Acta Mater.* **55**, 4041 (2007).
- [8] Г.А. Малыгин. *ФТТ* **49**, 961 (2007).
- [9] P.A. Андриевский, А.М. Глезер. *УФН* **179**, 337 (2009).
- [10] Y.S. Li, N.R. Tao, K. Lu. *Acta Mater.* **56**, 230 (2008).
- [11] L. Lu, X. Chen, X. Huang, K. Lu. *Science* **323**, 607 (2009).
- [12] Г.А. Малыгин. *ФТТ* **53**, 711 (2011).
- [13] S. Ogata, J. Li, N. Hirotsaki, Y. Shibotani, S. Yip. *Phys. Rev. B* **70**, 104 104 (2004).
- [14] S.S. Brenner. *J. Appl. Phys.* **27**, 1484 (1956); **28**, 1023 (1957).
- [15] G. Richter, K. Hillerich, D.S. Gianola, R. Mönig, O. Kraft, C.A. Volkert. *Nano Lett.* **9**, 3048 (2009).
- [16] M.B. Lowry, D. Kiener, M.M. LeBlank, C. Chisholm, J.N. Florando, J.W. Morris, A.M. Minor. *Acta Mater.* **58**, 5160 (2010).
- [17] D.E. Segall, C. Li, G. Hu. *Phil. Mag.* **86**, 5083 (2006).
- [18] D. Mordehai, S.-W. Lee, B. Backes, D. Strolowitz, W. Nix, E. Rabkin. *Acta Mater.* **59**, 5202 (2011).
- [19] S. Mizazaki, K. Shibata, H. Fujita. *Acta Met.* **27**, 855 (1979).
- [20] P.J. Janssen, T.H. de Keijser, M.G. Geers. *Mater. Sci. Eng. A* **419**, 238 (2006).
- [21] C. Keller, E. Hug. *Mater. Lett.* **62**, 1718 (2008).
- [22] X. Chen, A. Ngan. *Scripta Mater.* **64**, 717 (2011).
- [23] D. Jang, J.R. Greer. *Scripta Mater.* **64**, 77 (2011).
- [24] D. Jang, C. Cai, J.R. Greer. *Nano Lett.* **11**, 1743 (2011).
- [25] Г.А. Малыгин. *ФТТ* **52**, 48 (2010).
- [26] C.P. Frick, B.G. Clark, S. Orso, A.S. Schneider, E. Arzt. *Mater. Sci. Eng. A* **489**, 319 (2008).
- [27] K.S. Ngan, A.H. Ngan. *Phil. Mag.* **89**, 3013 (2009).
- [28] A. Kunz, S. Pathak, J.R. Greer. *Acta Mater.* **59**, 4416 (2011).
- [29] S.I. Rao, D.M. Dimiduk, T.A. Parthasarathy, M.D. Uchic, M. Tang, C. Woodward. *Acta Mater.* **56**, 3245 (2008).
- [30] K.S. Ngan, A.H. Ngan. *Scripta Mater.* **59**, 796 (2008).
- [31] D. Kiener, A.M. Minor. *Acta Mater.* **59**, 1328 (2011).
- [32] C. Motz, T. Schöberl, R. Rippan. *Acta Mater.* **53**, 4269 (2005).
- [33] S.H. Oh, M. Legros, D. Kiener, G. Dehm. *Nature Mater.* **8**, 95 (2009).