

# Размерные эффекты при пластической деформации микро- и нанокристаллов

© Г.А. Малыгин

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

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

(Поступила в Редакцию 21 апреля 2009 г.)

В рамках дислокационно-кинетического подхода сделан теоретический анализ размерных эффектов в пластически деформируемых кристаллах с поперечными размерами в микро- и нанодиапазонах. Анализ базируется на уравнении эволюции плотности дислокаций в таких микро- и нанокристаллах и учитывает процессы генерации дислокаций из поверхностных дислокационных источников и ухода дислокаций из кристалла через его поверхность. Найдено, что генерация дислокаций из источников приводит к сильному деформационному упрочнению кристалла, а уход дислокаций из кристалла через его поверхность — к быстрому достижению равновесия между этими двумя кинетическими процессами. В результате в соответствии с экспериментом наблюдается сильное „истощение“ деформационного упрочнения тонких кристаллов на ранней стадии их пластической деформации. Вытекающие из теории соотношения между напряжениями течения микро- и нанокристаллов  $\sigma$  и их поперечными размерами  $D$ ,  $\sigma \sim D^{-n}$ , где  $n = 0.625-1.0$ , находятся в согласии с экспериментом.

Работа выполнена в рамках проекта, поддержанного грантом РФФИ № 07-08-00722-а.

## 1. Введение

Наряду с нанокристаллическими материалами [1–3], обладающими повышенными прочностными и технологическими (сверхпластичность) свойствами, внимание исследователей в последнее время привлечено к изучению прочностных и деформационных свойств нано- и микрообразцов из чистых металлов и сплавов, имеющих поперечные размеры в одном или двух направлениях меньше  $10\ \mu\text{m}$  [4–12]. Интерес к ним обусловлен их высокой прочностью, близкой к теоретической, и процессом нано- и микроминиатюризации различных технических систем и устройств, таких как MEMS, разработкой тонкопленочных структур микро- и наноэлектроники.

Под размерными эффектами при пластической деформации кристаллических материалов понимают влияние размера кристалла, например толщины пленки, а в поликристаллических материалах — размера зерен, на прочностные и пластические их свойства. Уже первые результаты растяжения металлов с ГЦК- и ОЦК-решетками (Cu, Ag, Fe) в виде бездислокационных нитевидных кристаллов („усов“) диаметром  $1-20\ \mu\text{m}$  показали [13–16], что они обладают высокой прочностью и упруго деформируются до 2%.

Следующим этапом изучения прочностных и деформационных свойств микрообразцов явилось обнаружение повышенной прочности медных проволок диаметром  $10-20\ \mu\text{m}$  в условиях неоднородной деформации кручения по сравнению с их прочностью в условиях однородной деформации растяжения [17]. В дальнейшем аналогичный эффект был выявлен при пластическом изгибе тонких металлических пленок [18,19], микро- и наноиндентировании [20–22], также протекающих в

условиях неоднородной пластической деформации. Повышенная прочность в рассматриваемом случае вызвана генерированием геометрически необходимых дислокаций в результате наличия большого градиента пластической деформации в таких образцах [23].

Достижением последних лет является разработка технологии получения и исследования прочностных и деформационных свойств металлических образцов с поперечными размерами в субмикронном, микронном и нанодиапазонах в условиях однородной деформации сжатия [4–10] и растяжения [11,12]. В [4–10] для этой цели применяли ионное травление поверхности монокристалла фокусированным ионным лучом, в результате чего на ней образовывались столбики высотой в несколько микрон и диаметром  $0.1-10\ \mu\text{m}$ , которые затем с помощью наноиндентора с уплощенным наконечником подвергались деформации сжатия. В [11,12] для получения тонких поликристаллических образцов толщиной  $30-500\ \text{nm}$  применялась NEMS-технология, включающая в качестве основной процедуры нанолитографическое травление осажденных на подложку тонких металлических пленок. Эта технология позволяет изготовить в одной пленочной конструкции образцы для растяжения или изгиба, а также сами нагружающие и измерительные устройства.

Экспериментальные данные показывают, что при растяжении металлических микрокристаллов („усов“) [13–16] и при сжатии столбиков с микронными и наноперечными размерами [5–7,9,10] напряжения течения изменяются как  $\sigma \sim D^{-n}$ , где  $D$  — поперечный размер деформируемого образца,  $n = 0.6-1.1$ . Наличие на поверхности монокристаллических столбиков линий скольжения [4–6] и результаты электронно-микроскопического исследования их дислокационной

структуры [6,8,9] свидетельствуют о том, что пластическая деформация нано- и микрообразцов осуществляется дислокационным механизмом. Следует отметить, что наряду с экспериментами на металлах с ГЦК- (Au [4,6,7], Ni [5,9]) и ОЦК- (Mo [8]) решетками, а также с ионными кристаллами (LiF [10]) механическое поведение нано- и микрокристаллов изучалось и моделировалось методами молекулярной динамики [24] и динамики дискретных дислокаций [25–27].

Что касается высокой прочности кристаллов с нано- и субмикронными поперечными размерами, то в настоящее время обсуждаются два механизма влияния размерного фактора на напряжение течения микро- и нанокристаллов. Согласно первому из них, высокая прочность указанных кристаллов является результатом их дислокационного голодания [4–6] из-за ухода дислокаций из тонкого кристалла через его поверхность (аннигиляции дислокаций с поверхностью). Предполагается, что источники дислокаций располагаются внутри или на поверхности кристалла, но плотность источников и статистическое распределение их критических длин не зависят от поперечного размера кристалла. Таким образом, согласно этому механизму, высокая прочность нанокристаллов обусловлена статистикой распределения критических длин источников. Эта прочность тем больше, чем меньше дислокаций в кристалле из-за его „дислокационного голодания“, поэтому требуется приложение все большего напряжения для активации источников со все меньшими критическими длинами.

Согласно второй точке зрения, поверхность также играет решающую роль в росте напряжений течения в нано- и микрокристаллах, но дислокационное голодание не является обязательным условием возникновения высокой прочности микро- и нанообразцов [5,8,10], поскольку она может сопровождаться заметным деформационным упрочнением (ДУ), как например в нанокристаллах Mo [8], что указывает на присутствие в кристалле достаточно большой плотности дислокаций. В [9] непосредственно продемонстрировано, что при сжатии микрокристаллов Ni плотность дислокаций в них возрастает по мере уменьшения поперечного размера образцов. Поэтому вместо механизма дислокационного голодания в [9,27] обсуждается механизм истощения деформационного упрочнения, т.е. сильного снижения ДУ после резкого возрастания напряжения течения на начальной стадии деформации микро- и нанокристаллов, вызванного работой дислокационных источников.

В настоящее время отсутствует количественная модель, учитывающая указанные выше механизмы влияния размерного фактора на прочность микро- и нанообразцов, что не позволяет произвести их экспериментальную верификацию. Целью настоящей работы является разработка такой модели. Она основывается на кинетическом уравнении для средней плотности дислокаций в пластически деформируемом кристалле и включает

процессы генерации, размножения, иммобилизации и аннигиляции дислокаций, интенсивность которых чувствительна к структурным и размерным факторам [28–30]. В работе возможности кинетической модели расширены на микро- и нанокристаллы, что позволяет произвести сравнение вытекающих из нее соотношений с результатами соответствующих экспериментов по пластическому деформированию кристаллов при варьировании их поперечных размеров в широком диапазоне от  $100\ \mu\text{m}$  до  $100\ \text{nm}$ .

## 2. Теоретическая модель

Как показывают эксперименты, при изменении размеров кристаллов в указанных выше пределах наблюдаются три типа диаграмм деформации  $\sigma$ – $\varepsilon$ , где  $\sigma$  — напряжение течения кристалла,  $\varepsilon$  — величина деформации. Они схематически показаны на рис. 1. При поперечных размерах кристаллов  $D > 20\ \mu\text{m}$  диаграммы имеют обычный двухстадийный (а при наличии стадии легкого скольжения — трехстадийный) вид, характерный для пластической деформации макрокристаллов. На рис. 1 этот вид диаграмм (кривых деформационного упрочнения) иллюстрирует кривая 1. Пластическая деформация кристаллов с поперечными размерами  $1 < D < 20\ \mu\text{m}$  (металлические „усы“ [13–16]) имеет неустойчивый характер и сопровождается сильным (на порядок величины) падением деформирующего напряжения и появлением на диаграмме  $\sigma$ – $\varepsilon$  зуба и площадки текучести. На рис. 1 этот тип диаграмм демонстрирует кривая 2. В опытах на сжатие микрокристаллов в том же диапазоне поперечных размеров  $1 < D < 20\ \mu\text{m}$  такого резкого падения деформирующего напряжения не наблюдалось [9,10]. Диаграммы имели вид кривой 3 на рис. 1.

Аналогичный вид диаграммы  $\sigma$ – $\varepsilon$  имели и при сжатии кристаллов с поперечными размерами в диапа-

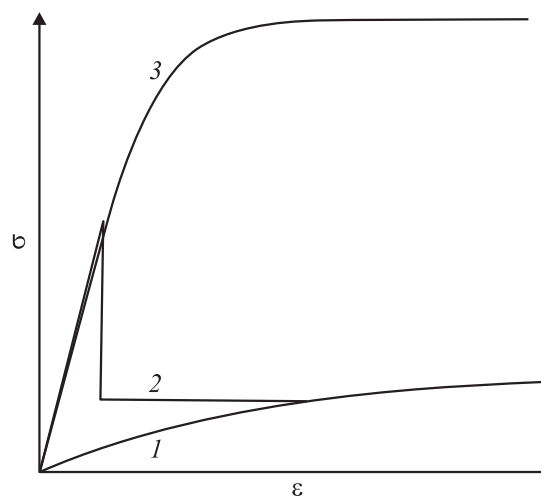


Рис. 1. Вид диаграмм напряжение–деформация макро- (1), микро- (2) и нанокристаллов (3).

зоне  $0.1-1.0 \mu\text{m}$  [4–7]. Пластическая деформация таких субмикро- и нанобразцов развивается в целом устойчиво, но сопровождается многочисленными скачками деформации и напряжения на уровне 1–10% от их текущих значений. Скачки являются результатом локализации деформации в виде отдельных линий скольжения и действия поверхностных дислокационных источников при относительно малой их поверхностной плотности. Так, например, при растяжении поликристаллических пленок субмикронной толщины [11,12] скачки напряжения отсутствовали вследствие большой плотности источников дислокаций в границах зерен. Что касается нитевидных металлических микрокристаллов [13–16], то резкое падение напряжений на начальном этапе их деформации связано с совершенным характером их поверхности и практически полным отсутствием дислокаций в исходном состоянии „усов“.

В [28,29] сформулировано кинетическое уравнение для плотности дислокаций  $\rho$  в кристалле с ростом величины его сдвиговой деформации  $\gamma$ . Оно описывает все три стадии кривых деформационного упрочнения макрокристаллов, включая и нулевую стадию — стадию микродеформации, связанную с действием объемных и поверхностных дислокационных источников. Указанное уравнение применительно к цели настоящей работы имеет вид

$$\rho \frac{d\rho}{d\gamma} = \left( \frac{n_V}{b} + \left( \frac{S}{V} \right) \frac{n_S}{b} \right) + (k_m - k_{im} + k_f \rho^{1/2}) \rho - k_a \rho^2. \quad (1)$$

В своей правой части оно содержит процессы генерации, размножения, иммобилизации и аннигиляции дислокаций, интенсивность которых, как уже было сказано, чувствительна к структурным и размерным факторам. Члены в первой скобке в правой части уравнения (1) описывают генерацию дислокаций соответственно из дислокационных источников внутри кристалла с объемной плотностью  $n_V$  и из поверхностных дислокационных источников с плотностью  $n_S$ ,  $S$  — поверхность кристалла,  $V$  — его объем,  $b$  — вектор Бюргера. Слагаемые во второй скобке в правой части уравнения (1) описывают процессы размножения дислокаций двойным поперечным скольжением на препятствиях недеформационного (преципитаты и скопления примесных атомов в твердых растворах,  $k_m = 1/b\lambda_m$ , где  $\lambda_m$  — длина свободного пробега дислокаций между этими препятствиями) и деформационного (дислокации леса,  $k_f = \delta_f/b$ ,  $\delta_f \approx 10^{-2}$ ) происхождения, а также иммобилизацию дислокаций на препятствиях ( $k_{im} = 1/b\lambda_{im}$ , где  $\lambda_{im}$  — расстояние между такого рода препятствиями). Очевидно, что генерирование дислокаций из источников и их размножение на различных препятствиях увеличивают плотность дислокаций в кристалле. Иммобилизация же дислокаций и аннигиляция винтовых сегментов дислокационных петель поперечным скольжением (последнее слагаемое в правой части уравнения (1),  $k_a = h_a/b$ , где  $h_a$  — эффективное расстояние аннигиляции винтовых дисло-

каций [31]) снижают скорость размножения и плотность дислокаций.

В [28,30] показано, что в зависимости от интенсивности тех или иных кинетических процессов, включенных в уравнение (1), и соотношения между ними напряжение течения  $\tau$  по-разному изменяется с величиной пластической деформации сдвига  $\gamma$ , определяя тем самым характер кривой деформационного упрочнения кристалла и ее стадийность. Чтобы продемонстрировать это для рассматриваемого случая влияния размеров кристалла на его прочностные и пластические свойства, воспользуемся, как и в [28,30], соотношением  $\tau(d\tau/d\gamma) = (1/2)(\alpha\mu b)^2(d\rho/d\gamma)$ , следующим из закона Тейлора  $\tau = \alpha\mu b\rho^{1/2}$  для дислокационного (деформационного) упрочнения кристалла ( $\alpha$  — коэффициент взаимодействия дислокаций,  $\mu$  — модуль сдвига). Оно связывает коэффициент деформационного упрочнения кристалла  $\theta = d\tau/d\gamma \sim d\rho/d\gamma$  с дислокационно-кинетическими процессами, развивающимися в деформируемом кристалле (1).

Подставляя в уравнение (1) в соответствии с соотношением Тейлора плотность дислокаций  $\rho = (\tau/\alpha\mu b)^2$ , получаем зависимость коэффициента ДУ

$$\frac{d\tau}{d\gamma} = \theta(\tau_*) = \theta_2 \left( \frac{Q_0}{\tau_*^3} - \frac{Q_1}{\tau_*} + 1 - \tau_* \right) \quad (2a)$$

от безразмерного напряжения течения  $\tau_* = \tau/\tau_3$ , где  $\tau_3 = \alpha\mu b\rho_3^{1/2}$  и  $\rho_3 = (k_f/k_a)^2$  — соответственно напряжение течения и плотность дислокаций в конце третьей стадии кривой деформационного упрочнения кристалла,  $\theta_2 = (abk_f/2)\mu \approx 10^{-3}\mu$  — коэффициент ДУ на второй (линейной) стадии кривой упрочнения макрокристалла дислокациями,

$$Q_0 = \frac{n_V + (S/V)n_S}{bk_a\rho_3^2}, \quad Q_1 = \frac{k_{im} - k_m}{k_a\rho_3}, \quad (2b)$$

$Q_0$  и  $Q_1$  — параметры, определяющие существование и величину нулевой и первой стадий процесса ДУ кристалла, зависящие от плотности дислокационных источников и коэффициента иммобилизации дислокаций (в случае  $k_{im} \gg k_m$ ). При  $Q_0 = Q_1 = 0$  третий и четвертый члены в круглой скобке (2a) определяют вторую (линейную) и третью (квазипараболическую) стадии упрочнения, подчиняющиеся соотношению Воге  $d\tau/d\gamma = \theta_2(1 - \tau/\tau_3)$ . Из него после интегрирования следует известная зависимость деформирующего напряжения  $\sigma = m\tau = \sigma_3[1 - \exp(-\varepsilon/\varepsilon_3)]$  от степени пластической деформации  $\varepsilon = \gamma/m$ , где  $m$  — ориентационный фактор,  $\sigma_3 = m\tau_3$ ,  $\varepsilon_3 = \gamma_3/m$ ,  $\gamma_3 = 2/k_a$  — продолжительность третьей стадии.

Интегрируя уравнение (2a), получаем в неявной форме зависимость безразмерного напряжения течения от величины сдвиговой деформации  $\tau_* = \tau_*(\gamma)$

$$\int_0^{\tau_*} \frac{d\tau_*}{Q_0\tau_*^{-3} - Q_1\tau_*^{-1} + 1 - \tau_*} = \frac{\gamma}{\gamma_3}. \quad (3)$$

Соотношения (2) и (3) использованы далее для анализа влияния поперечных размеров кристалла на характер и параметры кривой его деформационного упрочнения.

### 3. Влияние размеров кристалла на характер и параметры кривой его деформационного упрочнения

В кинетическом уравнении (1) от поперечного размера кристалла зависят два коэффициента. Во-первых, это коэффициент иммобилизации дислокаций  $k_{im}$ , поскольку уход дислокаций из тонкого кристалла приводит к выпадению дислокаций из процесса их размножения. Полная длина пробега дислокаций через кристалл с учетом ориентации плоскости скольжения определяется выражением  $L_e = D/m_e$ , где  $m_e = \sin \varphi$ ,  $\varphi$  — угол между плоскостью скольжения и осью деформации. В результате для коэффициента  $k_{im}$  имеем соотношение  $k_{im} = m_e/bD$ . Во-вторых, от поперечного размера кристалла зависит второе слагаемое в круглой скобке в правой части уравнения (1), связанное с действием поверхностных дислокационных источников, поскольку очевидно, что, чем больше отношение  $S/V = \beta_S/D$ , тем больший вклад вносят эти источники в процесс генерирования дислокаций на начальной стадии деформации кристалла. В случае круглого и квадратного сечений кристалла коэффициент  $\beta_S$  в приведенном соотношении равен 4, а для плоского образца в виде тонкой пленки — 2.

Есть основание предполагать, что плотность поверхностных дислокационных источников и критические длины их срабатывания зависят от поперечного размера кристалла. Основанием для такого предположения является то, что технология получения кристаллов разных поперечных размеров влияет на качество их поверхности, т.е. на число и величину ступенек на поверхности, являющихся концентраторами напряжений и источниками дислокаций. Поэтому далее в противоположность [4,6] предполагаем, что плотность поверхностных источников зависит от поперечного размера кристалла как  $n_S = 1/L_F L_S = \eta_S/D^2$ , где  $L_F = \delta_F D$  — критическая длина источника,  $L_S^{-1} = 1/\delta_S D$  — линейная плотность источников; величина коэффициентов  $\delta_F$ ,  $\delta_S$  и  $\eta_S = (\delta_F \delta_S)^{-1}$  остается пока неопределенной и может быть оценена из экспериментальных данных (см. раздел 4). С учетом предположений относительно зависимости или независимости длин  $L_F$  и  $L_S$  от  $D$  показатель степени  $p$  в соотношении  $n_S \sim D^{-p}$  может изменяться в пределах от 0 до 2.

Принимая во внимание сказанное, зависимость параметров  $Q_0$ ,  $Q_1$  от  $D$  в соотношениях (2) и (3) может быть представлена в следующем виде:

$$Q_0(D) = Q_V + \left(\frac{D_S}{D}\right)^{1+p}, \quad Q_1(D) = \omega \frac{D_S}{D} - Q_m, \quad (4a)$$

где

$$D_S = \left(\frac{\beta_S \eta_S}{b k_a \rho_3^2}\right)^{1/1+p}, \quad \omega = \frac{m_e}{(\beta_S \eta_S \delta_f^2)^{1/1+p}},$$

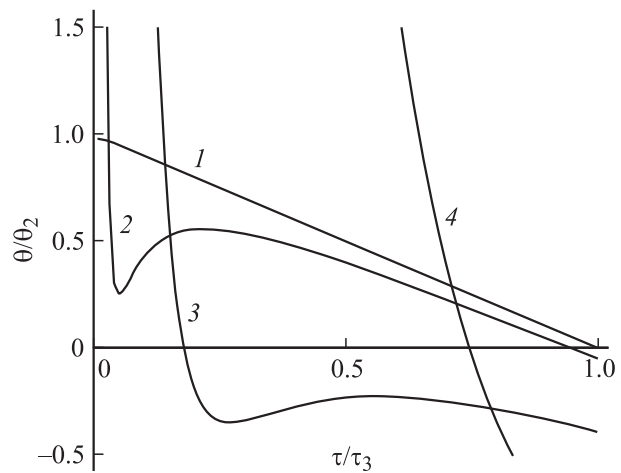
$$Q_V = \frac{n_V}{b k_a \rho_3^2}, \quad Q_m = \frac{k_m}{b k_a \rho_3}. \quad (4b)$$

Внутри достаточно чистого кристалла плотность дислокационных источников и концентрация препятствий недеформационного происхождения при размножении дислокаций двойным поперечным скольжением малы, поэтому в (4a) можно пренебречь членами  $Q_V$  и  $Q_m$ . В результате получаем следующие зависимости параметров  $Q_0$ ,  $Q_1$  от  $D$ :

$$Q_0(D) = \left(\frac{D_S}{D}\right)^{1+p}, \quad Q_1(D) = \omega \frac{D_S}{D}. \quad (4c)$$

В соотношениях (4) параметр  $D_S \approx 1-10 \mu\text{m}$  (см. раздел 4) задает характерный масштаб поперечного размера кристалла, когда его напряжения течения становятся чувствительными к размерному фактору. Комбинация параметров  $\omega$  определяет соотношение между процессами генерации дислокаций из поверхностных источников, а также их размножения на дислокациях леса и процессом аннигиляции дислокаций на поверхности кристалла.

На рис. 2 кривые 1–4 показывают, как изменяется в координатах  $\theta/\theta_2 - \tau/\tau_3$  коэффициент деформационного упрочнения с напряжением течения согласно соотношениям (2a) и (4c) при изменении относительной толщины кристалла  $D_* = D/D_S$  в широких пределах от  $10^3$  до 1 при величине параметров  $\omega = 1.5-2.0$  и  $p = 2$  (табл. 1). Из рисунка видно, что по мере уменьшения поперечного размера кристалла коэффициент ДУ сильно отклоняется от линейной зависимости (кривая 1), характерной для второй и третьей стадий кривой деформационного упрочнения объемного кристалла. В результате на



**Рис. 2.** Зависимости коэффициента деформационного упрочнения  $\theta$  от напряжения течения  $\tau$  в координатах  $\theta/\theta_2 - \tau/\tau_3$  согласно соотношениям (2a) и (4c) при указанных в табл. 1 относительных размерах зерен  $D_* = D/D_S$ .

**Таблица 1.** Значения параметров при расчете кривых 1–6 на рис. 2 и 3 согласно соотношениям (2)–(4)

Кривая	$D_*$	$\omega$	$p$	$G$
1	$10^3$	1.5	2.0	$5 \cdot 10^{-3}$
2	30	1.5	2.0	0.18
3	5.0	2.0	2.0	0.6
4	1.0	2.0	2.0	3.0
5	0.5	2.0	2.0	6.0
6	0.2	2.0	2.0	15.0

зависимостях  $\theta(\tau_*)$  возникают минимумы с низкими (кривая 2) и отрицательными (кривые 3 и 4) значениями коэффициента ДУ. Это снижение является результатом ухода части дислокаций через поверхность тонкого кристалла. Дифференцируя правую часть уравнения (2а) по напряжению  $\tau_*$ , находим значения напряжений  $\tau_1$  и  $\tau_2$ , когда на кривых  $\theta(\tau_*)$  возникают соответственно минимумы и максимумы

$$\frac{\tau_{1,2}}{\tau_3} = \left(\frac{1}{2} Q_1\right)^{1/2} \left[1 \mp \sqrt{1-G}\right]^{1/2}, \quad G = 12 \frac{Q_0}{Q_1^2}. \quad (5a)$$

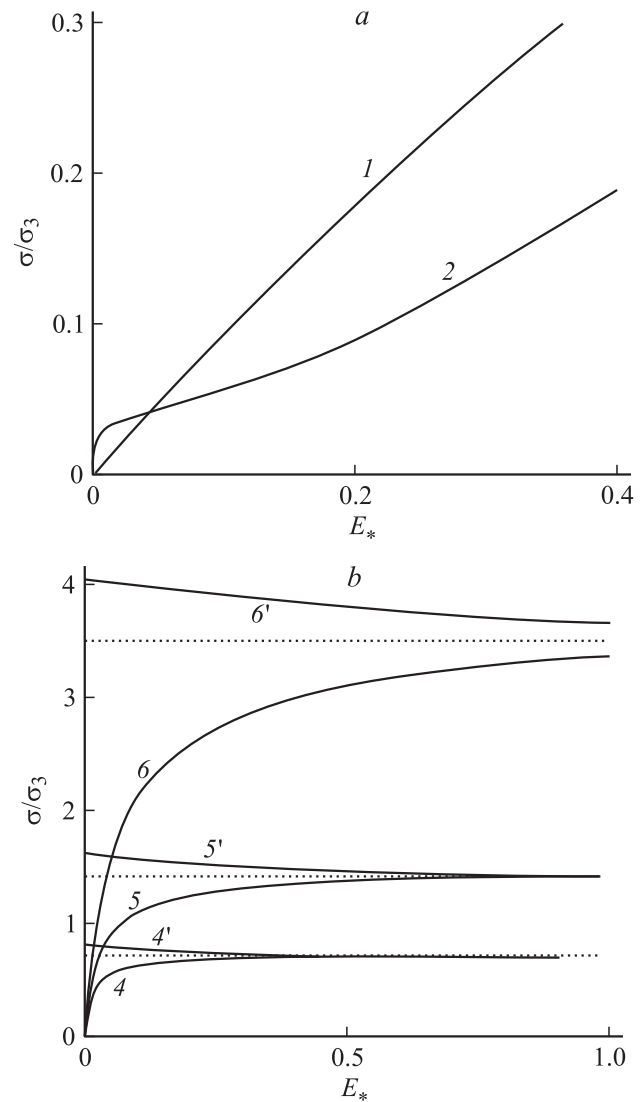
Из (5а) следует, что минимумы на кривых  $\theta(\tau_*)$  появляются при условиях  $Q_1 > 0$ ,  $G < 1$ . Подставив в (5а) выражения (4с), получаем непосредственно зависимость напряжений  $\tau_1$  и  $\tau_2$  от относительной толщины кристалла

$$\frac{\tau_{1,2}}{\tau_3} = \left(\frac{\omega}{2D_*}\right)^{1/2} \left[1 \mp \sqrt{1-G(D_*)}\right]^{1/2}, \quad G(D_*) = \frac{12}{\omega^2 D_*^{p-1}}. \quad (5b)$$

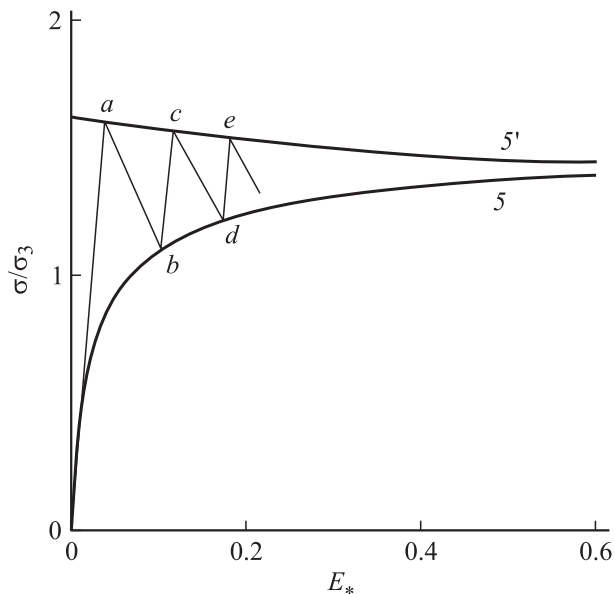
На рис. 3,а кривые 1 и 2 демонстрируют результаты численного интегрирования (3) при указанных в табл. 1 поперечных размерах кристалла, когда коэффициент ДУ  $\theta(\tau_*)$  при всех значениях  $\tau_* < 1$  положителен (рис. 2, кривые 1 и 2). Результаты интегрирования показаны в виде зависимости приведенного деформирующего напряжения  $\sigma_* = \sigma/\sigma_3$  от приведенной деформации растяжения или сжатия  $E_* = \varepsilon/\varepsilon_3 + \sigma_*/K_*$ , включающей и упругую ее часть  $\sigma/K$ ,  $\sigma_*/K_* = \sigma/K\varepsilon_3$ , где  $K_* = K\varepsilon_3/\sigma_3$ ,  $K$  — эффективный модуль системы кристалл-нагружающее устройство. Показаны только начальные участки кривых  $\sigma-\varepsilon$  ( $K_* = 50$ ). В толстом кристалле зависимость  $\sigma-\varepsilon$  (рис. 3,а, кривая 1) имеет двухстадийный характер. Но если коэффициент иммобилизации дислокаций в результате выхода дислокаций через поверхность кристалла оказывается достаточно велик ( $k_{im} \gg k_m$  в формуле (2b)), то на кривых  $\sigma/\sigma_3-\varepsilon/\varepsilon_3$  при  $D = 30D_S$  появляется участок с низким коэффициентом деформационного упрочнения (рис. 2 и 3,а, кривые 2). Его обычно называют первой стадией ДУ или стадией „легкого скольжения“, но, как показано в [29], в действительности она является переходной стадией

между стадией микродеформации (начальной или нулевой стадией) и второй (линейной) стадией упрочнения кристалла дислокациями. Появление ее зависит от ориентации кристалла, наличия в нем примесей, качества поверхности кристалла, а также от его поперечного размера [29].

Из рис. 2 и табл. 1 видно, что при  $G > 1$ , т.е.  $D_* < (12/\omega^2)^{1/p-1}$ , минимумы на кривых исчезают. Дальнейшее утонение кристалла от  $D = 5D_S$  до  $D = 0.2D_S$  приводит к появлению на зависимостях  $\theta(\tau_*)$  участков с отрицательным коэффициентом деформационного упрочнения (рис. 2, кривые 3 и 4). Результат численного интегрирования этих зависимостей демонстрируют на рис. 3,б кривые 4–6 и 4'–6'. Их неоднозначный характер (наличие участков с положительными (кривые 4–6) и отрицательными (кривые 4'–6') значе-



**Рис. 3.** Кривые деформационного упрочнения макро- (а), микро- и нанокристаллов (б) в координатах  $\sigma/\sigma_3-E_*$  согласно соотношениям (3) и (4с) при указанных в табл. 1 относительных размерах зерен  $D_* = D/D_S$ .



**Рис. 4.** Неоднозначный характер зависимостей  $\sigma/\sigma_3 - E_*$  согласно (3) (кривые 5, 5', см. рис. 3, *b*) и пилообразный вид этих зависимостей при сильно гетерогенном характере скольжения в микро- и нанокристаллах (кривая *abcde*).

ниями ДУ) связан с конкуренцией процессов генерации дислокаций из источников и их ухода из кристалла через поверхность. С ростом деформации устанавливается равновесие между этими процессами (рис. 3, *b*, пунктиры).

Одна из кривых деформационного упрочнения на рис. 3, *b* (кривая 5–5') показана отдельно на рис. 4. В связи с неоднозначным характером интегрирования зависимостей  $\theta(\tau_*)$  и появлением сегментов кривых  $\sigma/\sigma_3 - \varepsilon/\varepsilon_3$  с отрицательными значениями коэффициента  $\theta$  возникает вопрос, имеют ли эти сегменты физический смысл или являются артефактами. На рис. 4 тонкая пилообразная кривая показывает возможную физическую интерпретацию неоднозначного характера зависимостей  $\sigma/\sigma_3 - \varepsilon/\varepsilon_3$  на рис. 3 и 4. В условиях сильной гетерогенности скольжения при деформации микростолбиков [4,6] и достаточно жесткого нагружающего устройства деформирующее напряжение будет изменяться скачкообразно, испытывая падение напряжения при образовании линий скольжения и выходе дислокаций из кристалла (рис. 4, участки кривых *ab, cd*) и подъема напряжения *bc, de* при последующем упругом его нагружении. Именно такой характер имели зависимости  $\sigma - \varepsilon$  при сжатии микростолбиков золота [4,6]. В менее жестком нагружающем устройстве пилообразные кривые превращаются в платообразные (ступенчатые) кривые [5,9,10]. В отсутствие заметной гетерогенности скольжения (большой плотности источников дислокаций), как это имеет место в поликристаллических нанопленках [11,12], зависимости  $\sigma - \varepsilon$  становятся однозначными и плавными типа кривых 4–6 на рис. 3, *b*.

## 4. Обсуждение результатов

Из приведенных на рис. 2 и 3 результатов видно, что при поперечных размерах образцов  $D < (10-20)D_S$  коэффициент деформационного упрочнения на начальной стадии деформации оказывается существенно выше коэффициента  $\theta_2$  для второй стадии ДУ макрокристаллов. Но величина этого коэффициента быстро снижается и обращается практически в нуль сразу по окончании начальной (нулевой) стадии деформации. Это означает, что имеет место обсуждаемый в [9,27] эффект сильного истощения деформационного упрочнения в нано- и микрообразцах.

При поперечных размерах кристаллов  $D < (10-20)D_S$  в выражении под знаком интеграла (3) можно пренебречь двумя последними слагаемыми, связанными с взаимодействием движущихся дислокаций с лесом дислокаций и аннигиляцией винтовых компонент дислокационных петель. В результате после интегрирования (3) получаем с учетом (4с) следующую зависимость в неявной форме безразмерного напряжения течения  $\tau_*$  от деформации  $\gamma$ :

$$\frac{1}{2\omega^2 D_*^{p-1}} \ln \frac{1}{|1 - \omega D_*^p \tau_*^2|} - \frac{D_*}{2\omega} \tau_*^2 = \frac{\gamma}{\gamma_3}. \quad (6a)$$

Как показывает сравнение, уравнение (6а) адекватно описывает результаты прямого интегрирования (3) (кривые 4–6 на рис. 3, *b*). Согласно (6а) на начальной стадии деформации, когда выполняется соотношение  $\tau_* \ll (1/\omega D_*^p)^{1/2}$  под знаком логарифма, зависимость напряжения  $\tau_*$  от  $\gamma$  имеет вид  $\tau_* \approx (4\gamma/\gamma_3 D_*^{p+1})^{1/4}$ . Следовательно, коэффициент ДУ на начальной стадии деформации изменяется с деформацией как  $d\tau/d\gamma \sim 1/\gamma^{3/4} D^{(p+1)/4}$ , т.е. возрастает с утонением кристалла.

С другой стороны, при напряжениях  $\tau_* \leq (1/\omega D_*^p)^{1/2}$  из (6а) имеем следующую зависимость  $\tau_*(\gamma)$ :

$$\tau_* \approx \left( \frac{1}{\omega D_*^p} \right)^{1/2} \left[ 1 - A \exp \left( -\frac{\gamma}{\gamma_1} \right) \right]^{1/2},$$

$$\gamma_1 = \frac{\gamma_3}{2\omega^2 D_*^{p-1}}, \quad A \approx e^{-1}. \quad (6b)$$

Из нее видно, что при  $\gamma \gg \gamma_1$  напряжение течения стремится к предельному значению  $\tau_1 = \tau_3 (\omega D_*^p)^{-1/2} \sim D^{-p/2}$  (рис. 3, *b*, пунктиры), зависящему от поперечного размера кристалла. Коэффициент деформационного упрочнения при этом стремится к нулю как

$$\frac{d\tau_*}{d\gamma} = \frac{A\omega^{3/2}}{\gamma_3 D_*^{1-p/2}} \frac{\exp(-\gamma/\gamma_1)}{[1 - \exp(-\gamma/\gamma_1)]^{1/2}}, \quad (6c)$$

т.е. начальное высокое деформационное упрочнение тонкого кристалла истощается тем быстрее, чем меньше величина деформации  $\gamma_1 \sim 1/\omega^2 D_*^{p-1} \sim D^{p-1}$ . Из приведенных на рис. 3, *b* данных (кривые 4–6) видно,

**Таблица 2.** Значения коэффициентов  $K_y$  и  $K_1$  и показателя степени  $n$  в микро- и нанобразцах различных металлов и микрокристаллах LiF

Материал	$D, \mu\text{m}$	$n$	$K_y$	$K_1$	$\mu, \text{GPa}$	$b, \text{nm}$	Литературная ссылка
Au	0.1–10	0.6	0.44	–	27.8	0.28	[7]
Mo	0.2–0.8	1.06	10.3	–	128.0	0.27	[8]
Ni	1.0–20	0.64	0.95	–	75.0	0.25	[5]
LiF	1.0–20	0.74	4.0	–	65.0	0.30	[10]
Cu*	1.0–15	1.0	3.3	–	48.0	0.26	[13]
Fe*	1.0–15	1.0	8.0	–	83.0	0.25	[13]
Au	0.2–1.0	1.1	–	12.5	27.8	0.28	[6]

\* „Усы“.

как снижается величина деформации  $\gamma_1$  при постоянной величине параметра  $\omega = 2$  и росте относительного поперечного размера кристалла от  $D_* = 0.2$  до 1.0. Очевидно, что при прочих равных условиях истощение ДУ должно наступать быстрее в микро-, а не в нанокристаллах, что согласуется с результатами [5,7,10].

Переходя в (6) к размерным переменным, получаем, согласно (4b) следующие зависимости предела текучести  $\sigma_y = m\tau_y$  (при  $\varepsilon = \varepsilon_y = \gamma_y/m \approx 1-2\%$ ) и напряжения в конце первой (и последней) стадии деформационного упрочнения микро- и нанокристаллов  $\sigma_1 = m\tau_1$

$$\sigma_y = K_y \mu \left( \frac{b}{D} \right)^{\frac{p+1}{4}}, \quad K_y = m\alpha(2m\varepsilon_y)^{1/4} (\beta_S \eta_S b^{2-p})^{1/4}, \quad (7a)$$

$$\sigma_1 = K_1 \mu \left( \frac{b}{D} \right)^{\frac{p}{2}}, \quad K_1 = \frac{m\alpha}{m_e^{1/2}} \left( \frac{\delta_f^2 b^{2p}}{k_a} \right)^{\frac{2-p}{2(1+p)}} (\beta_S \eta_S)^{1/2}. \quad (7b)$$

При  $p = 2$  соотношения (7) приобретают вид

$$\sigma_y = K_y \mu \left( \frac{b}{D} \right)^{3/4}, \quad K_y = m\alpha(2m\varepsilon_y \beta_S \eta_S)^{1/4}, \quad (8a)$$

$$\sigma_1 = K_1 \frac{\mu b}{D}, \quad K_1 = \frac{m\alpha}{m_e^{1/2}} (\beta_S \eta_S)^{1/2}. \quad (8b)$$

Из соотношений (8) видно, что напряжения течения увеличиваются при уменьшении поперечных размеров образцов в соответствии с законом  $\sigma \sim D^{-n}$ , где показатель степени  $n$  изменяется в пределах 0.75–1.0. В табл. 2 приведены экспериментально наблюдаемые значения этого показателя, а также оценки коэффициентов  $K_y$  и  $K_1$  в различных материалах при указанных в таблице вариациях размеров зерен  $D$  и значениях модуля сдвига  $\mu$  и вектора Бюргера  $b$ .

Для сравнения теории и эксперимента рассмотрим результаты [6] по сжатию монокристаллических столбиков золота. При деформации 10% зависимость напряжения течения  $\sigma_1$  от диаметра столбиков имеет вид, близкий к соотношению (8b) с  $K_1 = 12.5$ ,  $n = 1.1$  (табл. 2). Полагая в (8b)  $m = 2$ ,  $m_e = 1/\sqrt{2}$ ,  $\alpha = 0.2$ ,  $\beta_S = 4$ , получаем

оценку параметра  $\eta_S = 170$ . Подставляя ее в соотношения (4b), находим значения параметров  $D_S = 4.6 \mu\text{m}$  и  $\omega = 1.7$  с учетом того, что  $\rho_3 = (\delta_f/bk_a)^2$ ,  $\delta_f = 10^{-2}$ ,  $k_a = 4$  [31]. Для плотности дислокационных источников  $n_S = \eta_S/D^2$  имеем при  $D = 1 \mu\text{m}$  оценку  $1.7 \cdot 10^{14} \text{m}^{-2}$ .

Из табл. 2 видно, что зависимость предела текучести микрокристаллов LiF описывается соотношением типа (8a) с  $K_y = 4$ ,  $n = 0.74$ , что близко к показателю степени  $n = 3/4$  в указанном соотношении. При  $m = 2$ ,  $\alpha = 0.5$ ,  $\varepsilon_y = 2 \cdot 10^{-2}$ , считая остальные параметры такими же, как и выше, получаем из (8a) оценку параметра  $\eta_S = 800$ . Подставляя ее в (4b), находим, что в LiF характерный поперечный размер  $D_S$  равен  $8.2 \mu\text{m}$ , а для параметра  $\omega$  имеем оценку  $\omega \approx 1$ . В разделе 3 было отмечено, что кристаллы становятся чувствительными к размерному фактору при  $D < 30D_S$ . Следовательно, в кристаллах LiF это имеет место при  $D \approx 250 \mu\text{m}$ , что согласуется с результатами [10].

При сжатии микрокристаллов Ni [5], как видно из табл. 2, величина показателя степени  $n = 0.64$  близка к  $n = 0.75$  в соотношении (8a). Оценки показывают, что в рассматриваемых микрокристаллах  $\eta_S \approx 100$ ,  $D_S = 3.4 \mu\text{m}$ ,  $\omega \approx 2.1$ . Эти оценки близки к приведенным выше оценкам этих параметров для микрокристаллов LiF, хотя значения показателей степени у них различаются. Из табл. 2 видно также, что есть два диапазона значений показателя степени в зависимостях  $\sigma \sim D^{-n}$ : это  $n = 0.6-0.75$  и  $n = 1.0-1.1$ . Более низкие значения  $n = 0.6-0.64$  можно объяснить, если принять во внимание, что напряжение генерирования дислокаций из источников в виде ступенек на поверхности кристалла, являющихся концентраторами напряжений, может зависеть от  $D$  как  $\sigma_F \sim D^{-1/2}$ . Тогда вместо  $p = 2$  и  $\sigma_y \sim D^{-3/4}$  будем иметь  $p = 3/2$  и  $\sigma_y \sim D^{-5/8}$ . Найденное значение  $n = 0.625$  близко к экспериментально наблюдаемому  $n = 0.6-0.64$ .

Таким образом, сделанный в работе анализ механизма пластической деформации микро- и нанокристаллов показывает, что сильная зависимость их прочностных свойств от поперечного размера кристалла  $D$  вызвана двумя обстоятельствами: 1) зависимостью плотности и критических длин поверхностных дислокационных источников от  $D$ , обеспечивающих высокое деформационное упрочнение микро- и нанокристаллов; 2) уходом генерируемых источниками дислокаций через поверхность тонкого кристалла. Конкуренция и достижение равновесия между этими двумя кинетическими процессами приводит к „истощению“ деформационного упрочнения таких кристаллов на ранней стадии их пластической деформации.

## Список литературы

- [1] M.A. Meyers, A. Mishra, D.J. Benson. Progr. Mater. Sci. **51**, 427 (2006).
- [2] M. Dao, L. Lu, R.J. Asaro, J.T. De Hosson, E. Ma. Acta Mater. **55**, 4041 (2007).

- [3] Г.А. Малыгин. ФТТ **49**, 961 (2007).
- [4] J.R. Greer, W.C. Oliver, W.D. Nix. Acta Mater. **53**, 1821 (2005).
- [5] D.M. Dimiduk, M.D. Uchic, T.A. Parthasarathy. Acta Mater. **53**, 4065 (2005).
- [6] J.R. Greer, W.D. Nix. Phys. Rev. B **73**, 245 410 (2006).
- [7] C.A. Volkert, E.T. Lilleodden. Appl. Phys. Lett. **89**, 061 921 (2006).
- [8] J.-Y. Kim, J.R. Greer. Appl. Phys. Lett. **93**, 101 916 (2008).
- [9] D.M. Norfleet, D.M. Dimiduk, S.J. Polasic, M.D. Uchic, M.J. Mills. Acta Mater. **56**, 2988 (2008).
- [10] E.M. Nadgorny, D.M. Dimiduk, M.D. Uchic. J. Mater. Res. **23**, 2829 (2008).
- [11] M.A. Haque, M.T. Saif. Scripta Mater. **47**, 863 (2002).
- [12] M.A. Haque, M.T. Saif. Sensors Actuators A **97–98**, 239 (2002).
- [13] S.S. Brenner. J. Appl. Phys. **27**, 1484 (1956).
- [14] S.S. Brenner. J. Appl. Phys. **28**, 1023 (1957).
- [15] Э.М. Надгорный, Ю.А. Осипьян, М.Д. Перкас, В.М. Розенберг. УФН **67**, 625 (1959).
- [16] K. Yoshida, Y. Gotoh, M. Yamamoto. J. Phys. Soc. Jpn. **24**, 1099 (1968).
- [17] N.A. Fleck, M.F. Ashby, J.W. Hutchinson. Acta Met. Mater. **42**, 475 (1994).
- [18] J.S. Stolken, A.G. Evans. Acta Mater. **46**, 5109 (1998).
- [19] M.A. Haque, M.T. Saif. Acta Mater. **51**, 3053 (2003).
- [20] S. Suresh, T.G. Nieh, B.W. Choi. Scripta Mater. **41**, 951 (1999).
- [21] Q. Ma, D.R. Clarke. J. Mater. Res. **10**, 853 (1995).
- [22] Ю.И. Головин. ФТТ **50**, 2113 (2008).
- [23] W.D. Nix, H.J. Gao. J. Mech. Phys. Solids **46**, 411 (1998).
- [24] M.F. Horstemeyer, M.I. Baskes, S.J. Plimpton. Acta Mater. **49**, 4363 (2001).
- [25] J. Senger, D. Weygand, P. Gumbash, O. Kraft. Scripta Mater. **58**, 587 (2008).
- [26] H.D. Espinosa, S. Berbenni, M. Panico, K.W. Schwarz. Proc. National Acad. Sci. **102**, 16 933 (2005).
- [27] S.I. Rao, D.M. Dimiduk, T.A. Parthasarathy, M.D. Uchic, M. Tang, C. Woodward. Acta Mater. **56**, 3245 (2008).
- [28] Г.А. Малыгин. ФТТ **35**, 1328 (1993).
- [29] Г.А. Малыгин. ФТТ **35**, 1698 (1993).
- [30] Г.А. Малыгин. УФН **169**, 979 (1999).
- [31] Г.А. Малыгин. ФТТ **34**, 2822 (1992).