

# Неоднородность деформации твердых тел на нанометровом уровне

© В.В. Шпейзман, Н.Н. Песчанская

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук,  
Санкт-Петербург, Россия

E-mail: shpeizm.v@mail.ioffe.ru

(Поступила в Редакцию 17 ноября 2008 г.)

Для изучения неоднородности скорости и параметров скачков деформации на уровне наноструктуры применен новый метод обработки интерферометрической записи деформации, позволяющий регистрировать скачки деформации менее 300 nm. Показано, что нижний уровень скачков для алюминия составляет 10–30 nm, а для аморфного полимера (полиметилметакрилата) — 130 nm. Предполагается, что размеры скачков соответствуют масштабам упорядоченных образований, как это было установлено ранее для более высоких уровней структуры. Результаты позволяют не только более полно изучить многоуровневый характер деформации, но и оценить размеры наноструктурных единиц, их эволюцию в процессе деформации и под влиянием внешних полей, а также их связь с микро- и макромасштабными неоднородностями деформации.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (проект № 06-08-01204).

PACS: 62.20.F-, 61.72.Nh

## 1. Введение

Представления о многоуровневом характере деформации зародились с появлением микроскопических теорий деформации, с попыток объяснить с помощью дислокаций макроскопические свойства процесса деформации. Промежуточные уровни деформации, их иерархию начали изучать с различных позиций в последней трети прошлого века [1,2]. Новым толчком в формировании взглядов на деформацию как на многоуровневый процесс послужили интенсивное развитие нанотехнологий и повышенный интерес к нанообъектам, проявляемый в настоящее время специалистами в разных областях знаний. Появились многочисленные исследования особенностей деформации наномасштабных тел и поверхностных слоев наноструктурных материалов, выполненные методом наноиндентирования (см., например, обзор [3]). Широкому распространению этого направления, безусловно, способствовало использование наноразмерных объектов (пленок, трубок и др.) в электронике, оптике, биологии, а также создание прибора — наноиндентометра, удобного в эксплуатации и позволяющего проводить разнообразные исследования на наноразмерном уровне. Однако метод локального нагружения, каким является индентирование на любом масштабном уровне (от нано до макроуровня), предполагает некоторые допущения при сравнении с объемным нагружением. Получаемые с помощью локального нагружения характеристики — величина твердости или кривая внедрения индентора — не имеют ясного физического смысла, такого, как например предел текучести материала, и отражают свойства деформации или разрушения материалов, как правило, на уровне корреляций. Поэтому возникают работы, в которых путем моделирования или на основании эмпирических зависимостей из кривой внедрения индентора получают обычные кривые растяжения, скоростные зависимости напряжений течения и другие характеристи-

ки простого нагружения,<sup>1</sup> а также работы, в которых пытаются воспроизвести в эксперименте растяжение пленочных наноразмерных образцов [4].

В [5–7] и в ряде более ранних работ, выполненных в ФТИ им. А.Ф. Иоффе, для изучения деформации твердых тел различной природы (металлов, в том числе наноструктурных, полимеров, керамик и др.) на разных масштабных уровнях использовался лазерный интерферометр, позволяющий измерить скорость и величину деформации на базе линейных перемещений от 150 nm. Было показано, что на всех уровнях деформация развивается скачками, причем высота скачка определяется размерами структурных образований, участвующих в процессе деформации. Измерение высоты скачков (по периоду колебаний скорости около среднего значения) позволяет количественно определить уровни деформации, проследить формирование больших скачков из малых в процессе ползучести, построить общую схему формирования деформации как неоднородного процесса, обусловленного гетерогенностью структуры на разных уровнях.

Поскольку минимальный шаг при измерении скорости составлял 150 nm, наименьший скачок деформации, который можно было обнаружить в опыте, равнялся 300 nm („трехточечный“ пик скорости). Скачки меньшего масштаба не разрешались. В настоящей работе предлагается новая методика обработки результатов, позволяющая обнаружить более мелкие скачки деформации.

## 2. Материалы и экспериментальная методика

Исследовалась скорость деформации двух тел разной природы: мелкокристаллического алюминия и аморф-

<sup>1</sup> Подробный анализ работ этого направления дан в обзоре [3].

ного полимера (полиметилметакрилат с пластификатором), при постоянных малых сжимающих напряжениях (микроползучесть). Образцы алюминия были получены методом многократного равноканального углового прессования и имели средний размер зерна  $2\ \mu\text{m}$ . Полиметилметакрилат не имеет четкой структуры, но цепи полимера могут образовывать сферолиты, домены, глобулы, более плотные укладки частей молекул размером от десятков и сотен нанометров до микрометра. Испытывались цилиндрические образцы диаметром  $2\text{--}3\ \text{mm}$  и высотой  $6\ \text{mm}$ . Образцы деформировались при напряжениях  $\sigma$ , в несколько раз меньших предела текучести  $\sigma_y$ . Измеряли среднюю скорость относительной микропластической деформации при комнатной температуре в интервале  $\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-8}\text{--}10^{-5}\ \text{s}^{-1}$  на участках малых деформаций  $\Delta\epsilon = 2.5 \cdot 10^{-5}$ , для которых структуру образца можно считать стабильной. При вычислениях  $\dot{\epsilon}$  и  $\Delta\epsilon$  в расчет принималась полная длина образца.

Скорость деформации измеряли по интерферограммам на базе последовательных одинаковых изменений длины образца  $\Delta l_0 = 150\ \text{nm}$ , что соответствовало полупериоду биений на интерферограмме. Величину скачков деформации определяли двумя способами. Скачки, бóльшие  $300\ \text{nm}$ , рассчитывали из зависимостей скорости относительной деформации ( $\dot{\epsilon}$ ) от последовательных приращений деформации на  $150\ (\Delta l)$ , измеряя периоды колебаний скорости:  $L = 150k$  (в  $\text{nm}$ ), где  $k$  — число измерений скорости в периоде [7]. Значения  $L$  совпадают с высотами скачков деформации. Скачки, меньшие  $300\ \text{nm}$ , определялись по отклонению формы колебания на интерферограмме от расчетной.

Рассмотрим схему интерферометра Майкельсона, предложенную для прецизионного измерения скорости деформации в [8]. В результате интерференции опорного луча с частотой  $\omega_0$  и интенсивностью  $I_0$  и луча, отраженного от зеркала, жестко связанного с подвижным концом образца, имеющего частоту  $\omega_1$  и интенсивность  $I_1$ , получается новая волна — волна биений, интенсивность которой  $I$  осциллирует с частотой  $\Delta\omega$  — частотой биений,

$$I = I_1 + I_0 + 2\sqrt{I_1 I_0} \cos(\Delta\omega t), \quad (1)$$

где

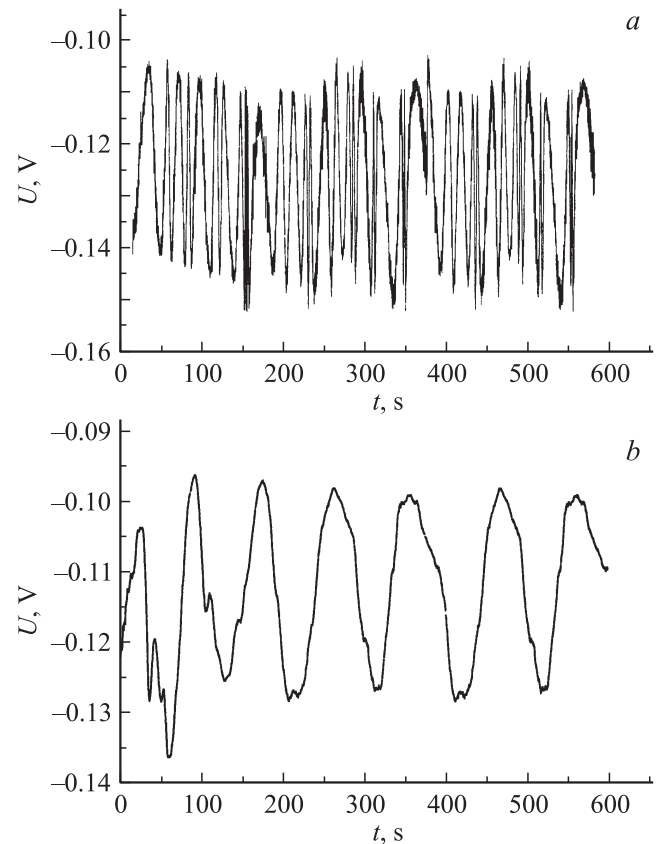
$$\Delta\omega = 2l \frac{\omega_0}{c}. \quad (2)$$

Здесь  $c$  — скорость света,  $l$  — скорость изменения длины образца. Формула (2) после подстановки  $\omega_0 = 2\pi c/\lambda$  и  $\Delta\omega = 2\pi\nu$ , где  $\nu$  — частота сигнала на интерферограмме (рис. 1), для скорости деформации приобретает вид

$$\dot{\epsilon} = \lambda\nu/2l_0, \quad (3)$$

где  $\lambda$  — длина волны источника света (лазера), а  $l_0$  — длина образца до деформации. Зависимости  $\dot{\epsilon}(\Delta l)$ , так же как и в [5–7], можно использовать для анализа скачков деформации, бóльших  $300\ \text{nm}$  (рис. 2).

Для анализа более мелких скачков использовалась формула (1). Если рассматривать одно полное колебание



**Рис. 1.** Фрагменты интерферограмм, полученных при ползучести полиметилметакрилата (а) и алюминия (б). Температура  $290\ \text{K}$ ; напряжение, МПа: а — 70, б — 10.

на интерферограмме, то в силу малости перемещения можно считать  $I_0$  и  $I_1$  постоянными. Тогда, нормируя сигнал таким образом, чтобы пределы его изменения были 1 и  $-1$ , можно определить  $\cos(\Delta\omega t)$ . Если затем построить эту функцию для среднего значения скорости деформации  $\Delta\omega_m$  в выбранном интервале времени (или деформации), то все отклонения от этой кривой можно приписать изменению скорости деформации в интервале приращений длины образца от 0 до  $300\ \text{nm}$ .

### 3. Результаты опытов и обсуждение

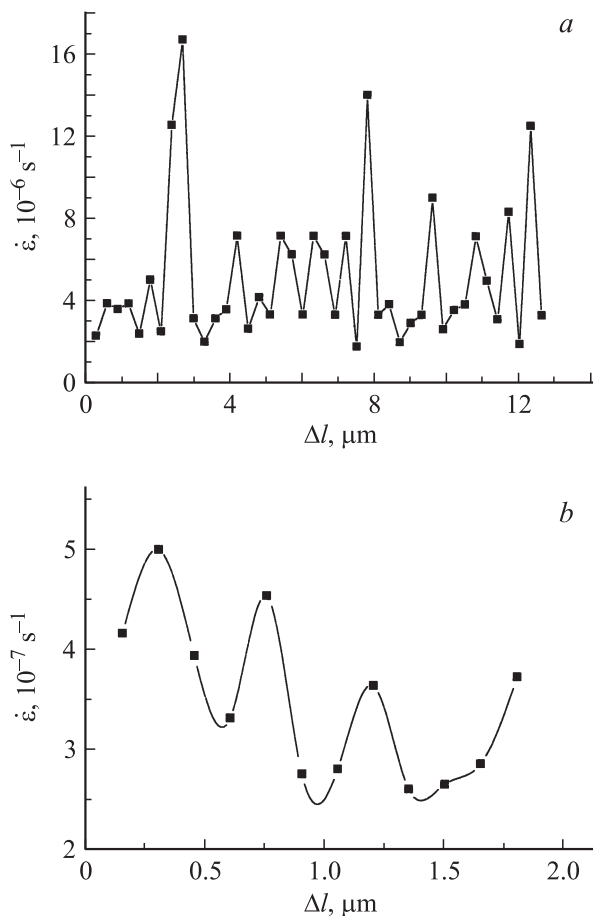
На рис. 1 приведены интерферограммы, полученные при ползучести полиметилметакрилата и алюминия. Для выявления неоднородности деформации в микрометровом диапазоне рассчитывалась скорость деформации по формуле (3) на базе линейных перемещений  $150\ \text{nm}$  для

Средняя величина деформации  $L$  в нано- и микрометровом диапазоне

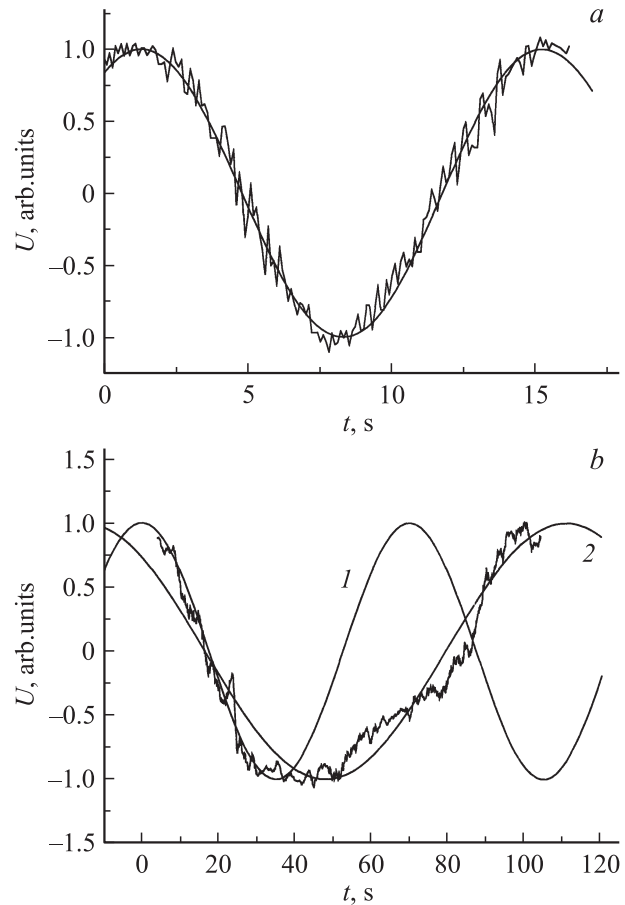
Материал	$L, \text{nm}$	$L, \mu\text{m}$
Полиметилметакрилат	130	1; 5
Алюминий	10; 35; 100	0.5

алюминия и 300 nm для полиметилметакрилата (рис. 2). Как видно из рис. 2 и таблицы, для алюминия обнаружены скачки деформации (периоды колебаний скорости) величиной примерно  $0.5 \mu\text{m}$ , а для полимера — около  $1 \mu\text{m}$ , которые объединялись в более крупные скачки размером  $\sim 5 \mu\text{m}$ . Данные для полиметилметакрилата (рис. 2, *a*) демонстрируют два уровня скачков деформации. Подобные результаты ранее были получены и обсужданы в [5–7]. В настоящей работе основной задачей было обнаружение более мелких скачков. Для этого были выделены произвольные единичные биения на интерферограммах, изображенных на рис. 1, и после нормировки величины интенсивности сигнала была произведена аппроксимация полученных кривых с помощью функций вида  $U = \cos \Delta\omega t$ . Как следует из рис. 3, для полиметилметакрилата экспериментальная кривая хорошо описывается одной функцией  $U = \cos \Delta\omega t$  с частотой  $\Delta\omega = 0.45 \text{ s}^{-1}$ , что соответствует средней скорости  $\dot{\epsilon} \approx 4 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ . Это значение близко к показанному на рис. 2, *a* в том диапазоне времен, откуда было взято биение.

Для алюминия описать выбранное биение функцией  $U = \cos \Delta\omega t$  с одной частотой не удалось. Кривая удовлетворительно описывается комбинацией двух функций



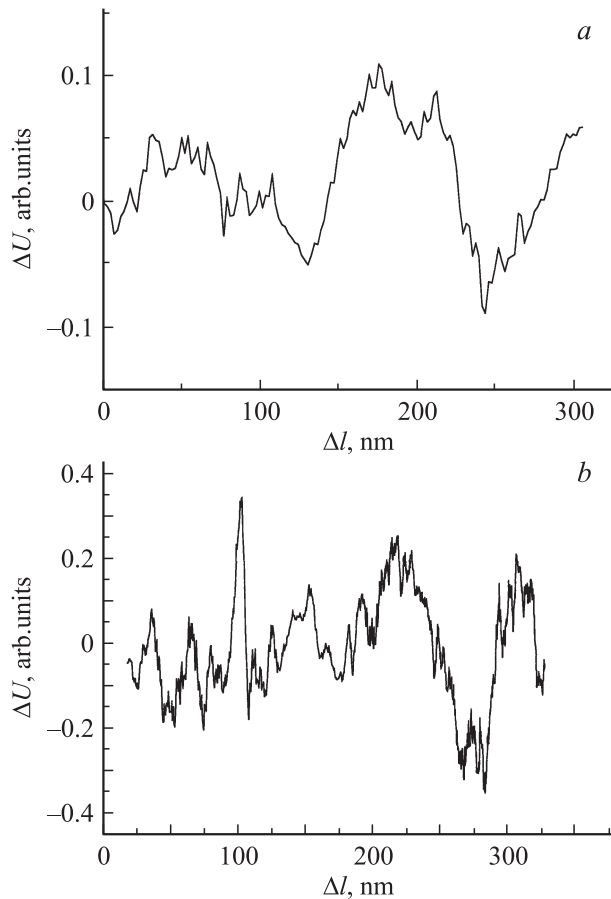
**Рис. 2.** Зависимость скорости деформации, рассчитанной по данным рис. 1, от величины деформации для полиметилметакрилата (*a*) и алюминия (*b*).



**Рис. 3.** Выбранные для оценки величины нанометровых скачков единичные биения на интерферограмме, нормированные на интервал  $[-1; 1]$ , для полиметилметакрилата (*a*) и алюминия (*b*). Реальное время ползучести соответствует 240–256 s на рис. 1, *a* и 315–420 s (пятое колебание) на рис. 1, *b*. Биения аппроксимированы одним одночастотным колебанием вида  $U = \cos \Delta\omega t$  с  $\Delta\omega = 0.45 \text{ s}^{-1}$  для полиметилметакрилата (*a*) и двумя колебаниями с  $\Delta\omega_1 = 0.09 \text{ s}^{-1}$  (1) и  $\Delta\omega_2 = 0.05 \text{ s}^{-1}$  (2) для алюминия (*b*).

$U = \cos \Delta\omega t$  с  $\Delta\omega_1 = 0.09 \text{ s}^{-1}$  и  $\Delta\omega_2 = 0.05 \text{ s}^{-1}$ . Средняя частота примерно на порядок меньше рассчитанной для полимера, что соответствует соотношению их скоростей ползучести.

На рис. 4 показана величина отклонений  $\Delta U$  экспериментальных кривых от функций вида  $U = \cos \Delta\omega t$  с постоянной частотой  $\Delta\omega$  в зависимости от деформации  $\Delta l$  образца, которая рассчитывалась на базе одного или нескольких биений на интерферограмме. Несмотря на то что величина  $\Delta U$  не является скоростью деформации образца, по ее колебаниям можно судить о характерных размерах неоднородности деформации так же, как это делалось на основании данных рис. 2. Действительно, поскольку разница между экспериментальной частотой  $\Delta\omega$ , зависящей от времени, и постоянной  $\Delta\omega_1$  (или  $\Delta\omega_2$ ) невелика, разность  $U = \cos \Delta\omega t - \cos \Delta\omega_1 t$  можно представить в виде  $\cos(\Delta\omega_1 + \alpha)t - \cos \Delta\omega_1 t$ , где  $\alpha$  — малая величина.



**Рис. 4.** Колебания скорости деформации  $\Delta U$ , рассчитанные по данным рис. 3, в зависимости от величины деформации образца для полиметилметакрилата (а) и алюминия (б).

Тогда  $U = [2 \sin(\Delta\omega_1 + \alpha/2)t] \sin \alpha t/2 \approx [\sin \Delta\omega_1 t] \alpha t$ . Так как мы рассматриваем скачки величины  $U$  внутри периода колебаний с частотой  $\Delta\omega_1$ , все отклонения от плавной зависимости  $U(t)$  можно приписать  $\alpha = \Delta\omega - \Delta\omega_1$ , т.е. величине, пропорциональной отклонению от средней скорости деформации.

Сравнивая данные, приведенные на рис. 4 и в таблице для металла и полимера, можно отметить два существенных отличия. Во-первых, размер отклонений от средней скорости для полимера примерно в 4 раза меньше, чем для металла. Заметим, что, хотя величина  $U$  определена в условных единицах, „условность“ состоит в том, что величина  $U$  была и для полимера, и для металла нормирована единообразно — по пределам изменения косинуса, т.е. на изменение от  $-1$  до  $1$  (рис. 3). Это, на наш взгляд, оправдывает численное сравнение отклонений от средней скорости, измеренной на базе перемещений 150 или 300 nm. Попытка использовать для алюминия усреднение с помощью одной функции вида  $U = \cos \Delta\omega t$  приведет к еще большей величине отклонений от одночастотной зависимости.

Во-вторых, размеры скачков деформации в алюминии (10, 35, 100 nm) в среднем меньше, чем в по-

лиметилметакрилате, в котором явно выражены только скачки примерно 130 nm. Если, как и в работах, посвященных деформации на микрометровом уровне, связывать высоту скачка с размером структурного элемента, участвующего в деформации, то в исследованном металле существуют характерные структурные размеры деформации, в несколько раз меньшие, чем с полимере. По-видимому, это связано с большими возможностями для осуществления различных коллективных эффектов в системах дислокаций и других дефектов в кристаллических телах. В аморфных полимерах, как отмечалось выше, могут существовать устойчивые укладки молекул разного размера (в том числе около 100 nm), например скрученная молекула (глобула) или складчатая укладка из многих молекул. В теории полимеров предполагается, что самая низкая степень упорядоченности в структуре полимера — параллельная укладка нескольких звеньев соседних молекул, которая имеет размер около 10 nm. Как следует из рис. 4а, на фоне больших периодов колебания скорости видны малые, которые равны примерно 10 nm. Возможно, что мелкие неоднородности скорости соответствуют самым малым неоднородностям в полимере. Подобные скачки малой амплитуды можно наблюдать и в алюминии. Следовательно, предложенный метод обработки данных дает возможность анализировать неоднородность деформации и структуры на наноразмере.

В заключение следует заметить, что в настоящей работе анализировались одиночные биения, содержащие небольшое число скачков деформации, что не позволяет представить себе полную картину деформации на наноразмере. Для установления истинной связи между характеристиками скачков деформации на разных уровнях и структурой материала требуются исследования большого числа биений на интерферограммах, полученных при разных условиях нагружения, что возможно лишь после разработки стандартизированных принципов изучения разноуровневой деформации и полной автоматизации измерений.

## Список литературы

- [1] В.Е. Панин, В.А. Лихачев, Ю.В. Гриняев. Структурные уровни деформации твердых тел. Наука, Новосибирск (1985). 230 с.
- [2] В.И. Владимиров. В кн.: Вопросы теории дефектов в кристаллах / Под ред. С.В. Вонсовского, М.А. Кривоглаза. Наука, Л. (1987). 176 с.
- [3] Ю.И. Головин. ФТТ **50**, 12, 2113 (2008).
- [4] R. Liu, H. Wang, X. Li, G. Ding, C. Yang, J. Micromech. Microeng. **18**, 065002 (2008).
- [5] Н.Н. Песчанская, В.В. Шпейзман, А.Б. Синани, Б.И. Смирнов. ФТТ **46**, 11, 1991 (2004).
- [6] Н.Н. Песчанская, Ю. Христова. ФТТ **48**, 10, 1786 (2006).
- [7] Н.Н. Песчанская, Б.И. Смирнов, В.В. Шпейзман. ФТТ **50**, 5, 815 (2008).
- [8] Н.Н. Песчанская, Г.С. Пугачев, П.Н. Якушев. Механика полимеров **2**, 357 (1977).