Таблица 1

Твердость и размер зерен никелевых покрытий

	Средний	Твердость
Покрытие	размер зерен,	покрытия,
	HM	ГПа
Никелевое покрытие, модифицированное углеродными нанотрубками	190	2,58 ± 0,04
Никелевое покрытие	270	$2,33 \pm 0,02$

#### ЛИТЕРАТУРА

- 1. Лукомский Ю.Я., Гамбург Ю.Д. Физико-химические основы элек-
- трохимии. Долгопрудный: Издат. дом «Интеллект», 2008. С. 424. Раков Э.Г. Нанотрубки и фуллерены. М.: Университетская книга; 2 Логос, 2006. С. 376.
- Ткачев А.Г., Золотухин И.В. Аппаратура и методы синтеза твердо-3 тельных наноструктур. М.: Машиностроение-1, 2007. С. 316.
- Головин Ю.И. Наноиндентирование и его возможности. М.: Машиностроение, 2009. С. 356.

БЛАГОДАРНОСТИ: Работа выполнялась при поддержке грантов «Carl Zeiss», Российского фонда фундаментальных исследований №07-02-00906а, программы «Развитие научного потенциала высшей школы (2009-2010 годы)» и приоритетной национальной программы «Образование».

Поступила в редакцию 20 ноября 2009 г.

Golovin Yu.I., Tkachev A.G., Litovka Yu.V., Vasyukov V.M., Stolyarov R.A., Shuklinov A.V., Polyakov L.E., Isaeva E.Yu. Modifying of nickel coverings with carbon nano-tubes using different techniques.

Technique of nanocomposite reception Ni / carbon nano-tube (CNT) is developed by a method of faltering galvanic-chemical sedimentation. Updating of CNT covering caused change in its microstructure, the size of grain, in particular, has decreased. Hardness of the nickel covering of the modified CNT is 10 % above than non-modified one.

Key words: carbon nano-tubes; hardness; nanocomposite; nickel coverings.

УДК 539.37:537.221

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ В НАНОШКАЛЕ ПРЕДЕЛА ТЕКУЧЕСТИ МОНОКРИСТАЛЛОВ РЬЮО4, GaAs И КЕРАМИК НА ОСНОВЕ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ МЕТОДОМ НАНОИНДЕНТИРОВАНИЯ С МОДУЛИРОВАНИЕМ НАГРУЗКИ

#### © В.В. Коренков, С.С. Разливалова

Ключевые слова: наноиндентирование; предел текучести; нанотвердость. В работе показано, что применение метода непрерывного измерения жесткости позволяет осуществить переход от измеряемого локального параметра (среднего контактного давления в отпечатке) к традиционному для механических испытаний материалов объемному параметру (предел текучести) и установить время-зависимый характер предела текучести в наношкале.

В свете развития современного физического наноматериаловедения исследование механических свойств твердых тел в микро- и наношкале является весьма актуальной задачей [1]. В настоящее время все большую популярность приобретает техника глубинночувствительного индентирования. В частности, метод непрерывного измерения контактной жесткости или CSM (Continuous Stiffness Measurement), который позволяет не только получать воспроизводимые результаты, но и с максимальной точностью определять механические характеристики материалов.

В данной работе исследован ряд материалов с высокой твердостью: монокристаллы PbWO4 и GaAs, а также керамики на основе ZrO2 с одинаковым процентным содержанием массовой доли Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, но различным размером зерна. Целью работы являлось определение скоростной зависимости предела текучести при использовании метода непрерывного измерения контактной жесткости.



Рис. 1. Определение предела текучести при наноиндентировании



**Рис. 2**. *P*–*h*-диаграммы (а) и соответствующие зависимости среднего контактного давления от контактной глубины при наноиндентировании (б) для керамик на основе диоксида циркония с примесью Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> с различным размером зерна; кривые из двуцветных ромбов соответствуют ZrO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+Co. HV – микротвердость по Виккерсу для данных материалов



**Рис. 3**. *Р*–*h*-диаграммы (а), соответствующие скоростные зависимости среднего контактного давления от контактной глубины (б) и зависимости предела текучести от скорости относительной деформации (в) для арсенида галлия



**Рис. 4**. *Р*-*h*-диаграммы (а), соответствующие скоростные зависимости среднего контактного давления от контактной глубины (б) и зависимости предела текучести от скорости относительной деформации (в) для вольфрамата свинца

Эксперименты производились на приборе Nano Indenter G200 фирмы MTS. В процессе индентирования с высокой точностью регистрировалась глубина погружения индентора h и прикладываемая нагрузка P. На исходную нормальную нагрузку накладывался дополнительная малоамплитудная гармоническая сила заданной частоты, что позволяло на единичном цикле нагружения получать серию многократно повторяющихся вариаций силы внедрения. Прибор G200 представляет возможность широкого выбора режимов непрерывного вдавливания индентора. В данном случае для керамик  $ZrO_2 + Al_2O_3$  нагружение осуществляли в режиме постоянной скорости относительной деформации, что давало возможность исключения влияния скоростного фактора на процесс формирования отпечатка. Для выявления скоростной зависимости PbWO<sub>4</sub> и монокристаллического GaAs скорость относительной деформации варьировали от 0,05 до 1 с<sup>-1</sup>. Индентирование производилось очень острым индентором Берковича с радиусом эквивалентного сферического притупления кончика R = 40 нм. Несовершенство геометрии индентора, тепловой дрейф, конечная жесткость силовой рамы, сдвиг начала отсчета на глубину отпечатка от первого контакта при автоматическом поиске поверхности автоматически учитывалось программой *TestWork*, и результаты измерений корректировались с учетом этих поправок.

Предел текучести определяется как точка пересечения упругой части кривой с частью кривой, соответствующей упруго-пластической деформации [2] (рис. 1).

На рисунках 2–4 представлены полученные зависимости среднего контактного давления от контактной глубины для исследуемых материалов: GaAs, PbWO<sub>4</sub> при разных скоростях относительной деформации и керамик на основе ZrO<sub>2</sub> с одинаковым процентным содержанием Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, но различным размером зерна при постоянной скорости относительной деформации.

На всех рисунках предел текучести соответствует точке резкого изменения наклона на диаграммах нагружения, независимо от того, сопровождается ли этот переход скачком деформации (рис. 3) или протекает монотонно (рис. 2 и рис. 4). Если в первом случае скачкообразная деформация при упруго-пластическом переходе может быть зарегистрирована и без применения методики CSM, то в двух других только непрерывное измерение среднего контактного давления начиная с момента начала нагружения позволяет определить параметры упруго-пластического перехода и вычислить предел текучести в наношкале. Из приведенных графиков также видно, что по мере повышения скорости относительной деформации в отпечатке предел текучести при наноиндентировании также возрастает. При изменении скорости деформирования в пределах 0.05...1 с<sup>-1</sup> предел текучести возрастает более чем в 1.5 раза. Одной из причин такого поведения предела текучести в наношкале может быть усложнение процесса нуклеации дислокаций вследствие одновременного влияния двух ограничивающих факторов: сильной локализации деформации в области с характерным размером L ~ 15...25 нм и сокращением времени развития дислокационного зародыша с ростом скорости относительной деформации [3].

Таким образом, в работе показано, что применение метода наноиндентирования с опцией CSM позволяет

осуществить переход от измеряемого локального параметра (среднего контактного давления в отпечатке) к традиционному для механических испытаний материалов объемному параметру (предел текучести) и установить времязависимый характер предела текучести в наношкале.

#### ЛИТЕРАТУРА

- 1. Головин Ю.И. Наноиндентирование и его возможности. М.: Машиностроение, 2009. 356 с.
- Zhu T.T., Bushby A.J., Dunstan D.J. Size effect in the initiation of plasticity in ceramics in nanoindentation // Journal of the Mechanics and Physics of Solids. 2008. V. 56. P. 1170-1185.
- Головин Ю.И., Дуб С.Н. Скачкообразный переход от упругого к упругопластическому деформированию на начальной стадии наноиндентирования // Доклады АН. 2003. Т. 393. № 2. С. 1-4.

БЛАГОДАРНОСТИ: Работа выполнена при поддержке федеральной целевой программы «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009–2013 гг.», аналитической ведомственной целевой программы «Развитие научного потенциала высшей школы (2009–2010 годы)» на 2009 г. (проект № 2643), Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 07-02-00906).

#### Поступила в редакцию 20 ноября 2009 г.

Korenkov V.V., Razlivalova S.S. Determination of the yield strength of PbWO<sub>4</sub> and GaAs single crystals and zirconium ceramics at nanoscale using nanoindentation continuous stiffness measurement method.

Transition from measurement of local material characterization parameter (nanohardness or average contact pressure) to conventional macroscopic (yield strength) parameter can be realized by continuous stiffness measurement technique as shown at this work. A time-dependent property of yield strength onset at nanoscale for PbWO<sub>4</sub> and GaAs single crystals was studies also.

Key words: nanoindentation; yield strength; nano-firmness.

УДК 539.374

## СТРУКТУРНО-ЧУВСТВИТЕЛЬНЫЙ ПЕРЕХОД ОТ ЕВКЛИДОВОЙ К ФРАКТАЛЬНОЙ ФОРМЕ ФРОНТА ПОЛОСЫ ЛЮДЕРСА В СПЛАВЕ АМГ6

### © А.Е. Золотов

*Ключевые слова:* алюминий-магниевый сплав; полоса деформации; полоса Людерса. Установлено, что переход между плоской и дендритной формой первых полос деформации происходит в узком температурном интервале вблизи температуры сольвус. В окрестности точки перехода  $T_{an} \approx T_{SV}$  скачком, почти на порядок, возрастает подвижность полос деформации и меняется их геометрия от плоской к фрактальной.

В работах [1–3] установлено, что скачкообразная деформация сплава АМг6 является структурночувствительным эффектом. Ее характеристики (количество скачков, доля скачкообразной деформации и т. д.) резко возрастают после отжига в области 250– 270 °С, соответствующей трансформации метастабильных выделений  $\beta'$ -фазы в термодинамически устойчивую  $\beta$ (Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub>)-фазу [2], в то же время при деформировании в области 60–100 °C, соответствующей растворению зон Гинье-Престона, наблюдается переход от скачкообразной к гладкой кривой нагружения [3].