

Рис. 1. Кривая ползучести. X – разрушение

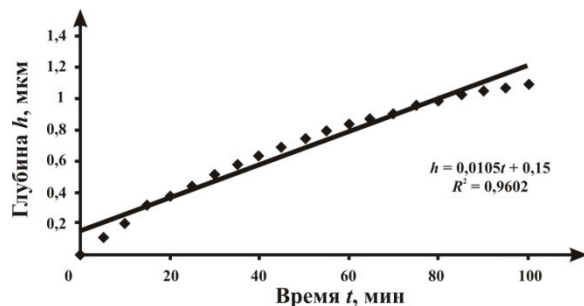


Рис. 2. Кривая ползучести кремния

Для наглядности рассматривался участок, соответствующий стадии установившейся ползучести. Полученные данные аппроксимировались линейной зависимостью. Коэффициент корреляции при этом составлял $\sim 0,96$. Тангенс угла наклона прямой, или

скорость установившейся ползучести, при этом составил $0,0105 \text{ мкм/мин. } (0,175 \text{ нм/с})$ (рис. 2).

Ползучесть в наномасштабе мало изучена (ввиду крайней скудности экспериментальных данных), и выявить доминирующий механизм пока не представляется возможным. В связи с этим, получение новой экспериментальной информации о процессах, происходящих в материалах в условиях ползучести, представляется актуальным.

ЛИТЕРАТУРА

1. Чадек Й. // Ползучесть металлических материалов: пер. с чешск. М.: Мир, 1987. 304 с.
2. Головин Ю.И. // Наноиндентирование и механические свойства твердых тел в субмикророботах, тонких приповерхностных слоях и пленках (обзор) // ФТТ. 2008. Т. 50. Вып. 12.

БЛАГОДАРНОСТИ: Работа выполнена в рамках Приоритетного национального проекта «Образование» Министерства образования и науки РФ, а также при финансовой поддержке РФФИ (гранты № 06-02-96316, № 09-02-97541-р_центр-а).

Поступила в редакцию 4 октября 2009 г.

Dmitrievskii A.A., Vasyukov V.M., Sinegovov M.Yu., Shuklinov A.B., Stolyarov R.A., Isaeva E.Yu., Tikhomirova K.V. Creeping of materials in nanoscale and methods of its diagnostics.

The mechanical properties such as creeping and plastic deformation were investigated. The adjustment and the methodic were of creeping mechanisms diagnostics in nanoscale were worked out. The first results were received.

Key words: creeping; creeping testing; creeping in nano-scale.

УДК 539.2

РАЗМЕРНЫЙ ЭФФЕКТ В ТВЕРДОСТИ В ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКОМ Nb

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

Ключевые слова: размерный эффект при нано-/микроиндентировании; Nb; теория пластичности; дислокации. Методами индентирования исследован размерный эффект в твердости Nb. Получены размерные зависимости твердости в диапазоне глубин отпечатка от 20 нм до 70 мкм.

Известно, что при глубоком (на много порядков величины) уменьшении характерных размеров R^* объекта или порции вещества хотя бы в одном из трех измерений их свойства перестают быть инвариантными относительно R^* . Размерные эффекты (РЭ) – значительные изменения свойств материалов при уменьшении R^* – могут носить самый различный характер: растущий, падающий, осциллирующий и др. [1]. В механических свойствах, в частности в твердости, РЭ в разных диапазонах R^* могут иметь различную природу, чему отвечает наличие на зависимости $H(h)$ нескольких участков (здесь H – твердость, h – глубина отпечатка, характеризующая размеры области локальной пластической деформации) [2].

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

В эксперименте использовали образцы Nb чистотой 99,9 %. Измерение H в макро- и микромасштабе проводили на твердомерах Duramin A300 и ПМТ 3М в диапазоне нагрузок на индентор $1 \dots 100 \text{ Н}$ и $0,1 \dots 1 \text{ Н}$ соответственно, а нанотвердости – на наноиндентометре G200 фирмы MTS (США) в диапазоне нагрузок на индентор $0,015 \dots 2 \text{ Н}$. Полученные зависимости $H(h)$ были аппроксимированы тремя (химически полированный

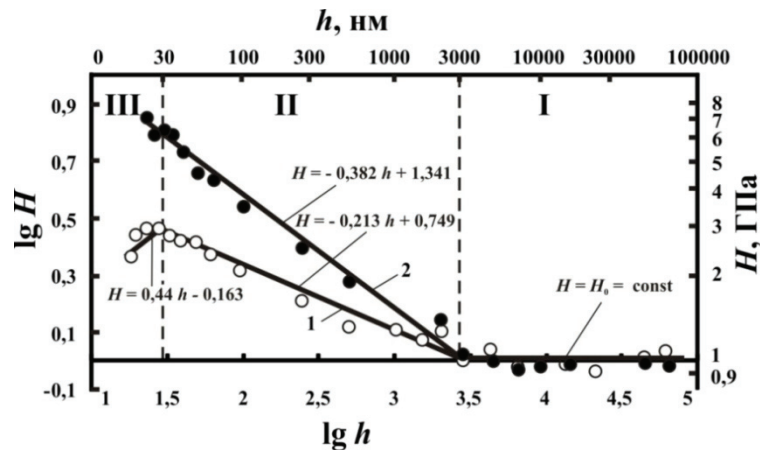


Рис. 1. Размерные зависимости твердости в двух образцах поликристаллического Nb (средний размер зерен ~ 1 мкм). 1 – химически полированная поверхность, 2 – механически полированная поверхность. H_0 – макротвердость

образец) и двумя (механически полированный образец) линейными участками (рис. 1). Каждая точка на графике является усреднением 10 отдельных значений в области $h > 3000$ нм и 20...30 – в области $30 \text{ нм} \leq h \leq 3$ мкм. При разных нагрузках и размерах отпечатка РЭ очевидно обусловлены различными причинами. В макрообласти I, где $h > 3000$ нм, РЭ в твердости отсутствовал ($H = \text{const}$). Этот результат не зависел от способа полировки образца. Согласно [3], размерные эффекты при индентировании возникают в случае, когда характерные размеры области деформации (например, диаметр образца, толщина пленки, глубина отпечатка и т. п.) становятся меньше некоторой характерной длины $l^* \approx 1 \dots 10$ мкм. Она определяется взаимодействием дислокаций в скоплениях и с границами зерен [4]. В области II ($30 \text{ нм} \leq h \leq 3$ мкм) выявлен рост H при уменьшении h для образцов. Коэффициент наклона k зависимости $\lg H = f(\lg h)$ был существенно меньше, чем в соотношении Холла-Петча ($k = 0,5$) и зависел от вида полировки (рис. 1). Большая твердость механически полированного образца и больший наклон ($k = -0,382$ против $k = -0,213$ в химически полированном образце) обусловлены наклепом приповерхностного слоя. Такой ход зависимостей $H(h)$ может быть следствием зарождения геометрически необходимых дислокаций в условиях роста градиента деформации при уменьшении h [5]. Падение H при $h \leq 30$ нм (область III, $k = 0,44$) наблюдалось только для образца, подготовленного методом химической полировки. Оно может быть вызвано активизацией недислокационных механизмов пластичности, реализующихся через процессы зарождения и движения неравновесных точечных дефектов тем более эффективные, чем меньше h [6]. Альтернативой может быть образование нанокристаллической структуры под индентором в результате сильной локальной деформации с последующим проскальзыванием и поворотом зерен [7], которые в литературе предлагается описывать на основе диффузионно-дислокационных [8] и дислокационно-дисциплинационных моделей [9]. Они также предсказывают падение напряжений пластической деформации по мере уменьшения характерных размеров структуры.

Таким образом, в работе выявлена немонотонная зависимость твердости Nb в диапазоне характерных размеров от десятков нанометров до 70 мкм и установлены границы размерных эффектов разного типа.

ЛИТЕРАТУРА

1. Головин Ю.И. Введение в нанотехнику. М.: Машиностроение, 2008. 496 с.
2. Manika I., Maniks J. Size effects in micro- and nanoscale Indentation // Acta Mater. V. 54. P. 2049-2056.
3. Nix W.D., Gao H. Indentation size effects in crystalline materials: a law for strain gradient plasticity // J. Mech. Phys. Solids. 1998. V. 46. № 3. P. 411-425.
4. Копева Н.А., Козлов Э.В. Структура и механические свойства нанополукристаллов // Перспективные материалы. Т. 3. С. 55-140.
5. Fleck N.A., Hutchinson J.W. A phenomenological theory for strain gradient effects in plasticity // J. Mech. Phys. Solids. 1993. V. 41. P. 1825-1857.
6. Головин Ю.И. Наноиндентирование и его возможности. М.: Машиностроение, 2009. 312 с.
7. Андриевский П.А., Глезер А.М. Прочность наноструктур // УФН. 2009. Т. 179. № 4. С. 337-358.
8. Колобов Ю.Р. Диффузионно контролируемые процессы на границах зерен и пластичность металлических поликристаллов. Новосибирск: Наука. СО РАН, 1998. 184 с.
9. Romanov A.E., Kolesnikova A.L., Ovid'ko I.A., Aifantis E.C. Disclination in nanocrystalline materials: Manifestation of the relay mechanism // Materials Science & Engineering. 2009. V. A503. P. 62-67.

БЛАГОДАРНОСТИ: Работа выполнялась при поддержке Аналитической ведомственной целевой программы «Развитие научного потенциала высшей школы (2009–2010 годы)» (проект № 2643) и грантов «Carl Zeiss» и Российского фонда фундаментальных исследований № 07-02-00906а.

Поступила в редакцию 20 ноября 2009 г.

Golovin Yu.I., Isaenkova M.G., Krymskaya O.A., Vasyukov V.M., Stolyarov R.A., Shuklinov A.V., Polyakov L.E. Dimensional effect in hardness in polycrystalline Nb.

Using the methods of indentation dimensional effect in hardness Nb is investigated. Dimensional dependences of hardness in a range of depths of a print from 20 nm to 70 mcm are received.

Key words: dimensional effect at nano-/micro-indentation, Nb, theory of plasticity, disposition.