

ОБЗОРЫ АКТУАЛЬНЫХ ПРОБЛЕМ

Прочность и пластичность нанокристаллических материалов и наноразмерных кристаллов

Г.А. Малыгин

Обзор посвящён проблеме влияния границ зёрен и поверхности кристаллов на деформационные и прочностные свойства нанокристаллических и наноразмерных материалов, главным образом металлических. Приведены основные экспериментальные факты, касающиеся механического поведения нанокристаллических материалов, сделан теоретический анализ найденных закономерностей на основе уравнений дислокационной кинетики, учитывающих свойства границ зёрен как источников, стоков и барьеров для дислокаций. В рамках аналогичного подхода обсуждаются размерные эффекты при пластической деформации отдельных микро- и нанокристаллов с учётом поверхности кристалла как преимущественного источника и стока для дислокаций.

PACS numbers: 61.72.Cc, 61.82.Rx, 62.20.fq, **62.25.** – g

DOI: 10.3367/UFNr.0181.201111a.1129

Содержание

1. Введение (1129).
 2. Нанокристаллические материалы (1131).
 - 2.1. Дислокационный механизм нанопроцности и нанопластичности.
 - 2.2. Методы улучшения пластических свойств нанокристаллических металлов.
 3. Размерные эффекты при деформации микро- и нанокристаллов (1139).
 - 3.1. Прочность и пластичность микро- и нанокристаллов.
 - 3.2. Градиент пластической деформации и геометрически необходимые дислокации.
 4. Заключение (1152).
- Список литературы (1154).

1. Введение

Понятие *наноструктура* охватывает в настоящее время широкий круг вопросов, включающий в себя *нанокристаллические* (НК) материалы, а также элементы *нанометрового* масштаба в различных системах и устройствах. Объединяющим фактором во всех рассматриваемых случаях является наличие в материале или устройстве структурных единиц размером менее 100 нм. На практике, однако, под наноструктурами часто расширенно понимают материалы и устройства, имеющие структурные составляющие менее 1 мкм. Повышенный

интерес к такого рода материалам и структурам объясняется двумя связанными друг с другом обстоятельствами, а именно, их высокими прочностными и функциональными свойствами и миниатюризацией различных систем и устройств электромеханики, робототехники, электроники, медицины. Как перспективные конструкционные материалы, нано- и микрокристаллические металлы и сплавы уже сейчас имеют достаточно широкую область применения.

Исторически сложилось так, что внимание исследователей и технологов привлекли в первую очередь микро- и нанокристаллические (металлические и керамические) материалы. Они обладают высокой прочностью при низких температурах вследствие эффекта зернограничного упрочнения Холла – Петча (ХП) [1], $\sigma \sim d^{-1/2}$, где σ — напряжение, d — размер зерна, а также уникальными технологическими свойствами при повышенных температурах (сверхпластичность [1, 2]) вследствие зернограничного разупрочнения. С зернограничным разупрочнением связывают и нарушение соотношения ХП в наноматериалах при обычных (комнатных) температурах [3 – 6].

В настоящее время разработан ряд эффективных методов получения металлических материалов со сверхмелким (10–1000 нм) зерном, таких как распыление исходного материала из расплава или его размол в шаровой мельнице с последующим компактированием нано- или микропорошка в форме поликристаллического агрегата. Распространённым способом получения микро- и нанокристаллических металлических плёнок толщиной 0,1–10 мкм является метод осаждения атомов из газовой фазы на подложку или осаждения их из раствора электролита.

Указанные методы предполагают сборку (агрегацию, консолидацию) наноматериала из отдельных структур-

Г.А. Малыгин. Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, ул. Политехническая 26, 194021 Санкт-Петербург, Российская Федерация
E-mail: malygin.ga@mail.ioffe.ru

Статья поступила 3 марта 2011 г., после доработки 15 апреля 2011 г.

ных составляющих в виде атомов или наночастиц. Другая группа методов получения НК-материалов предполагает процесс превращения исходного крупнокристаллического, монокристаллического металла или аморфного сплава (металлического стекла) в НК-агрегат в результате его интенсивной пластической деформации методами равноканального углового прессования [7], прокатки [8] или кручения под давлением [9]. В случае аморфных сплавов, кроме интенсивной деформации [10, 11], нанокристаллизации сплава можно добиться традиционным способом, а именно путём его нагрева до температуры кристаллизации [12].

Наряду с нанокристаллическими материалами большое внимание в последнее время уделяется изучению прочностных и деформационных свойств монокристаллических образцов чистых металлов и сплавов, имеющих поперечные размеры в одном или двух направлениях менее 1 мкм. Выполненные полвека назад опыты по растяжению металлов с ГЦК- и ОЦК-решётками в виде выращенных из газовой фазы нитевидных кристаллов (усов) диаметром 5–20 мкм показали [13–15], что они обладают высокой прочностью и упруго деформируются до 2 %.

Достижением нескольких последних лет является разработка методов получения и исследования механических свойств монокристаллических образцов с поперечными размерами в субмикронном и нанодиапазонах. Так, в [16, 17] для этой цели было применено травление поверхности металлического монокристалла фокусированным ионным пучком, в результате чего на ней формировались микростолбики (micropillars) материала диаметром 100–1000 нм и высотой несколько микрометров, которые подвергались затем деформации сжатия в наноинденторе с уплощённой формой алмазного наконечника. Развитием этого метода является травление поверхности двухфазного сплава фокусированным ионным пучком с целью образования на ней "леса" из микростолбиков одной фазы с последующей их деформацией в наноинденторе [18]. В работе [19] для изготовления поликристаллических образцов толщиной 300–500 нм применялась NEMS-технология, т.е. нанолитографическое травление осаждённых на подложку тонких металлических плёнок. Она позволяет изготовить в одной плёночной конструкции не только образцы на растяжение или изгиб, но и нагружающее и измерительное устройство.

Исследование механических свойств кристаллов с поперечными размерами в субмикронном и нанодиапазоне показало [16, 17], что их прочность приближается к теоретической в соответствии с законом $\sigma \sim D^{-n}$, где D — поперечный размер кристалла, $n \approx 0,6–1,0$.

Ещё одним размерным эффектом, привлекавшим в последние десятилетия внимание исследователей, является повышенная прочность при кручении металлических образцов (проволок) диаметром 1–10 мкм по сравнению с их прочностью в условиях однородной деформации растяжения [20]. Такой же эффект был обнаружен при пластическом изгибе тонких металлических плёнок микронной толщины [21, 22] и при микро- и наноиндентировании материалов [23–25], также протекающих в условиях неоднородной на микромасштабе пластической деформации. Повышенную прочность сверхтонких образцов в рассматриваемых случаях связывают с генерацией в них дополнительных по сравне-

нию с однородной деформацией *геометрически необходимых дислокаций* (ГН) из-за существования больших градиентов пластической деформации в условиях неоднородной на микроуровне деформации кручения или изгиба [20–22].

До сих пор речь шла о традиционных материалах (металлах и сплавах), механизмом пластической деформации которых является преимущественно дислокационный механизм. Но в последние три десятилетия широко изучались необычные свойства сплавов с эффектом памяти формы (ЭПФ), претерпевающих обратимые структурные фазовые превращения мартенситного типа [26–30]. Их особенностью является сверхбольшая по сравнению с традиционными пьезокристаллами и магнитострикционными материалами деформация ЭПФ (5–15 %), чувствительная к температуре и действию механического напряжения и магнитного поля [29, 30]. Указанные обстоятельства служат основой для многочисленных приложений этих сплавов (например, TiNi [28]) в медицине, космонавтике, энергетике в качестве силовых приводов, датчиков и функциональных (smart) элементов различных систем и устройств, в том числе микро- и наноэлектромеханических (MEMS и NEMS [31]). Последнее обстоятельство послужило стимулом для изучения влияния размерного фактора как на параметры мартенситных переходов в такого рода сплавах [32–35], так и на их рабочие (силовые и деформационные) характеристики [36–38]. Результаты проведённых в настоящее время работ показали большую чувствительность указанных параметров и характеристик к этому фактору.

Представленный краткий обзор экспериментальных исследований влияния размеров зёрен и монокристаллов на прочностные и функциональные свойства большой группы перспективных для приложений материалов свидетельствует о важности и фундаментальности этого направления исследований. Итоги их, касающиеся прочностных свойств НК-материалов, подведены в ряде недавних обзоров [39–43]. Результаты первого этапа изучения прочностных и деформационных свойств монокристаллических наноразмерных образцов чистых металлов и сплавов содержатся в обзорных статьях [44, 45]. Что касается влияния градиентов пластической деформации и ГН-дислокаций на деформационные и прочностные свойства образцов тонкого (микронного) сечения, то этому вопросу посвящён специальный выпуск журнала *Scripta Materialia* [46] и обзор [22]. Проблема влияния размерного фактора на параметры мартенситных переходов в сплавах с ЭПФ и на функциональные свойства этих сплавов находится ещё на начальном этапе исследований. Поэтому в обзоре мы ограничимся приведёнными ссылками на основные имеющиеся на данный момент экспериментальные [26–38] и теоретические (см. далее [65–71]) исследования этого вопроса.

Несмотря на большое число выполненных к настоящему времени работ по изучению влияния размерного фактора на прочностные и деформационные свойства кристаллических материалов, физические механизмы этого влияния являются в настоящее время предметом дискуссии [39–43]. Сейчас намечились три систематических теоретических подхода к выяснению этих механизмов. Первые два из них используют методы компьютерного моделирования: молекулярной динамики (МД) [47–50] и 3D-динамики дискретных дислокаций [51–

55)), третий — базируется на уравнениях дислокационной кинетики [4, 40, 56–58], описывающих эволюцию плотности дислокаций в наноматериале с учётом структурных особенностей межзёренных границ и поверхности микро- и нанокристаллов как источников, стоков и барьеров для дислокаций. Ещё одним теоретически последовательным методом является метод анализа энергетической устойчивости дислокационных микро- и наноструктур [59–62], базирующийся на континуальной теории дислокаций и дисклинаций.

Перечисленные методы являются микроскопическими, т.е. рассматривают явления начиная с элементарного (молекулярного или дислокационного) уровня, переходя затем на мезо- и макроуровень. Своих возможностей не исчерпал и модельный, эвристический метод, основанный на феноменологических соотношениях [5, 63, 64]. Каждый из указанных методов имеет свои достоинства и недостатки, поэтому их следует рассматривать как дополняющие друг друга.

Что касается влияния размерного фактора на мартенситные переходы и деформационное поведение сплавов с ЭПФ, то при анализе механизма этого влияния также используются МД-моделирование [65] и дислокационно-кинетический подход [29]. Последний метод позволяет учитывать влияние структурных факторов, в том числе размерного фактора, на кинетику и термодинамику мартенситных переходов в сплавах с ЭПФ [34, 38, 66]. Под дислокациями в данном случае понимают дислокации превращения решёточного [67] и двойникового [68] типов и ступеньки нанометрового масштаба на межфазных границах [29, 69]. С термодинамических, феноменологических позиций влияние размеров зёрен на критическую температуру мартенситного перехода обсуждалось в работах [70, 71].

Целью настоящего обзора является теоретический анализ имеющихся в литературе данных по прочности и пластичности нанокристаллических материалов в рамках преимущественно дислокационно-кинетического подхода. Этому вопросу посвящён раздел 2 обзора. В разделе 3 с аналогичных позиций рассмотрено влияние размерного фактора на прочность кристаллов и образцов с поперечными размерами в микро- и нанодиапазонах. В заключительном четвёртом разделе обсуждаются результаты анализа и подводятся его итоги.

2. Нанокристаллические материалы

С дислокационно-кинетических позиций влияние размерного фактора на прочность и пластичность микро- и нанокристаллических материалов обсуждалось в [40]. Но темп исследований этого вопроса в настоящее время столь высок, что появилось много данных, которые требуют осмысления в рамках этого подхода. В разделе 2.1 будут рассмотрены данные, свидетельствующие о том, что вплоть до размеров кристаллитов 2–3 нм [72] дислокационный механизм определяет прочность и пластические свойства нанометаллов, а также такие особенности их деформации, как зависимость коэффициента скоростной чувствительности напряжений течения [73–79] и активационных объёмов [42, 76, 77, 80] от размера кристаллитов и образование микрополос сдвига [81–84]. В разделе 2.2 обсуждаются методы улучшения пластических свойств нанометаллов без заметного снижения их прочности, а именно создание бимодальных микронано-

зёренных [85–91] и нанодвойникованных субмикрозёренных [92–101] структур.

2.1. Дислокационный механизм нанопрочности и нанопластичности

2.1.1. Соотношение Холла–Петча. Дискуссионными в проблеме пластичности и прочности НК-металлов до сих пор остаются три вопроса: 1) характер нарушения соотношения ХП при размерах зёрен менее 10–20 нм, 2) механизм этого нарушения и 3) роль в нём дислокаций. На рисунке 1а в качестве примера приведены экспериментальные данные по микротвёрдости H нанокристаллического сплава Ni–W [72], свидетельствующие, что при размерах кристаллитов менее 7–10 нм закон ХП, $H \sim d^{-1/2}$, для микротвёрдости нарушается и есть тенденция к формированию обратного соотношения ХП, $H \sim d^p$, с показателем степени $p > 0$. Положительное значение $p = 0,2–0,5$ при размерах нанозёрен $d < 10–15$ нм зафиксировано в ряде других НК-материалов [3–

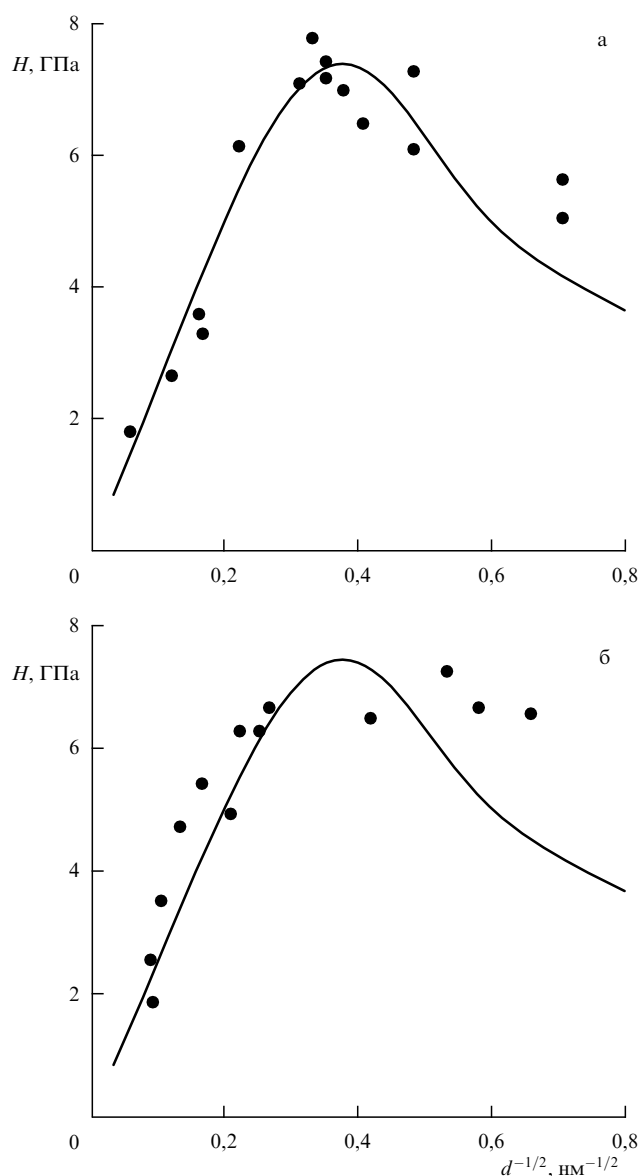


Рис. 1. Зависимость микротвёрдости H нанокристаллического сплава Ni–W от размера зерна d : (а) — данные [72], (б) — [80]. Кривые — согласно уравнению (4).

6, 40–43, 47–49, 73–79, 88]. Оно свидетельствует о смене механизма зернограницного упрочнения наноматериала на механизм его зернограницного разупрочнения.

Что касается сплава Ni–W, то в [80] найдено, что микротвёрдость этого сплава при размерах зёрен менее 15 нм отклоняется от соотношения ХП, но остаётся приблизительно постоянной, не зависящей от размера зёрен вплоть до $d = 3$ нм (рис. 1б). Как и в рассмотренном выше случае (рис. 1а), НК-образцы были получены методом электроосаждения. Из рисунка 1а видно, что при $d < 10$ нм имеется разброс экспериментальных точек, затрудняющий выявление чёткой тенденции изменения H в этом диапазоне размеров зёрен. Это и подобные обстоятельства часто служат основанием для заключения [39], что нарушение соотношения ХП при размерах зёрен менее 10 нм не связано с зернограницным разупрочнением, а имеет место постепенное заполнение объёма нанозёрен "мантией" из дислокаций, испущенных границами зёрен, после чего микротвёрдость наноматериала перестаёт зависеть от размера нанозёрен. Авторы [80], чьи результаты приведены на рис. 1б, связывают отклонение от соотношения ХП с аморфизацией структуры наноматериала. В качестве ещё одного аргумента в пользу этого утверждения они указывают на локальную неустойчивость пластической деформации наносплава, а именно на формирование в нём микрополос сдвига, аналогичных по своему виду полосам течения в аморфных металлических стёклах.

Очевидно, что отмеченные выше противоречивые наблюдения и сделанные на их основе заключения требуют более детального обсуждения с привлечением других, как экспериментальных, так и теоретических, методов анализа имеющихся в литературе данных. О полученных в этом направлении результатах сказано в разделах 2.1.2–2.1.4.

2.1.2. Дислокационно-кинетический анализ напряжений течения нанокристаллических металлов. Кривые на рис. 1а и б построены в предположении, что при размерах зёрен менее 10 нм имеет место зернограницное разупрочнение, связанное с аннигиляцией дислокаций в границах нанозёрен. Расчёт кривых базируется на кинетическом уравнении для средней плотности дислокаций ρ в наноматериале и её эволюции с ростом деформации сдвига γ [4, 40, 79]:

$$\frac{d\rho}{d\gamma} = \frac{\beta}{bd} - (k_a + k_b)\rho, \quad (1)$$

$$k_b = 4\eta_b \frac{D_{gb}}{m_T \dot{\epsilon} d^2} = \left(\frac{d_b}{d}\right)^2, \quad d_b = \left(\frac{4\eta_b D_{gb}}{m_T \dot{\epsilon}}\right)^{1/2}.$$

Здесь $d_b = d_b(T, \dot{\epsilon})$ — характерный размер нанозёрен, когда начинается зернограницное разупрочнение наноматериала, β — коэффициент, определяющий интенсивность накопления дислокаций в объёме зёрен вследствие ограничения длины свободного пробега дислокаций размером зерна ($\beta \approx 1$), b — вектор Бюргерса, k_a — коэффициент аннигиляции винтовых дислокаций механизмом поперечного скольжения, k_b — коэффициент аннигиляции краевых дислокаций, аккумулированных в границах и вблизи границ нанозёрен, $D_{gb} = D_{gb}(T)$ — коэффициент зернограницной диффузии, T — температура, $\eta_b \approx \mu b^3 / k_B T$, k_B — постоянная Больцмана, $\dot{\epsilon} = \dot{\gamma} / m_T$ и $\dot{\gamma}$ — скорости соответственно одноосной и

сдвиговой деформаций, $m_T = 3,05$ — ориентационный фактор Тейлора, μ — модуль сдвига. Уравнение (1) не содержит в своей правой части характерного для крупнозернистых ($d > 1$ –10 мкм) материалов слагаемого $k_f \rho^{1/2}$, описывающего размножение дислокаций на дислокациях леса, ввиду того что характерное расстояние между актами размножения дислокаций на дислокациях леса, $\lambda_f = 1 / \delta_f \rho^{1/2}$, где $\delta_f = b k_f \approx 10^{-2}$, существенно больше размера нанозёрен [40]. Например, при $\rho = 10^{14}$ – 10^{16} м $^{-2}$ это расстояние составляет 1–10 мкм.

Интегрируя уравнение (1), находим зависимость плотности дислокаций в наноматериале от степени равноосной деформации $\epsilon = \gamma / m_T$:

$$\rho(\epsilon) = \rho_0 \exp(-m_T k \epsilon) + \rho_m [1 - \exp(-m_T k \epsilon)], \quad (2)$$

где $\rho_0 = \beta_0 / bd$ — начальная ($\epsilon = 0$) плотность дислокаций вследствие их генерации из границ зёрен [40, 102], β_0 — коэффициент, зависящий от плотности ступенек (ledges) в границах, $k = k_a + k_b$, $\rho_m = \beta / bdk$ — равновесная плотность дислокаций, когда $\epsilon \rightarrow \infty$. С учётом (2) и соотношения Тейлора, $\tau = \alpha \mu b \rho^{1/2}$, зависимость напряжения течения НК-материала $\sigma = m_T \tau$ от деформации ϵ описывается выражением

$$\sigma(\epsilon) = m_T \alpha \mu b \left\{ \rho_0 \exp(-m_T k \epsilon) + \rho_m [1 - \exp(-m_T k \epsilon)] \right\}^{1/2}, \quad (3)$$

где α — постоянная взаимодействия дислокаций. Поскольку $\rho_0 \sim \rho_m \sim d^{-1}$, то уравнению (3) можно придать вид

$$\sigma(\epsilon) = m_T \alpha \mu \left(\frac{b}{d}\right)^{1/2} \left\{ \beta_0 \exp(-m_T k \epsilon) + \frac{\beta}{k} [1 - \exp(-m_T k \epsilon)] \right\}^{1/2}. \quad (4)$$

Результаты электронно-микроскопических исследований [103, 104] и компьютерного моделирования [47–49, 105] пластической деформации НК-металлов показывают, что границы зёрен являются: 1) источниками дислокаций, 2) барьерами, способствующими накоплению дислокаций внутри нанозёрен, и 3) стоками для дислокаций. Именно эти кинетические процессы учитывают уравнения (1) и (2) для плотности дислокаций и уравнения (3) и (4) для напряжения течения. Параметры β_0 и β определяют интенсивность первых двух кинетических процессов, в то время как коэффициент аннигиляции дислокаций $k = k_a + k_b(d, T, \dot{\epsilon})$, зависящий от размера зёрен, температуры и скорости деформации (1), контролирует эффективность границ зёрен как стоков для решёточных дислокаций.

На рисунке 1а, б теоретические кривые построены в соответствии с уравнением (4) с учётом того, что $H = 3\sigma_y$, где $\sigma_y = \sigma(\epsilon_y)$ — предел текучести, $\epsilon_y = 0,2\%$, $d_b = 80$ нм, $\beta_0 = 6 \times 10^{-3}$ (значения остальных параметров приведены в [79]). При $k_a = 0$ и $m_T k_b \epsilon_y \ll 1$, т.е. при размерах зёрен $d \gg (m_T \epsilon_y)^{1/2} d_b \approx 14$ нм, из (4) следует нормальное соотношение ХП, $H = K_{HP} d^{-1/2}$, описывающее эффект зернограницного упрочнения поликристаллического материала, где $K_{HP} = 3m_T \alpha \mu b^{1/2} (\beta_0 + m_T \beta \epsilon_y)^{1/2}$ — коэффициент ХП для микротвёрдости. В другом крайнем случае, $m_T k_b \epsilon_y \gg 1$, т.е. при достаточно малых размерах зёрен и относительно больших деформациях, получаем

обратное соотношение ХП, $H = K'_{\text{НР}} d^{1/2}$, где $K'_{\text{НР}} = 3m_T \alpha \mu (\beta b/d_b^2)^{1/2}$, описывающее явление зернограничного разупрочнения наноматериала. Из рисунка 1а видно, что в пределах разброса экспериментальных точек уравнение (4) достаточно хорошо согласуется с экспериментальными данными на участке как нормального, так и обратного соотношения ХП, вплоть до размеров зёрен 2–3 нм. Соответствие уравнения (4) данным по микротвёрдости и пределу текучести наблюдается и для других НК-металлов [40, 79].

Иная ситуация имеет место на рис. 1б, где в области размеров зёрен $d < 15$ нм экспериментальные точки сильно отклоняются от теоретической кривой. Для разрешения этого несоответствия необходимо привлечение дополнительных данных (разделы 2.1.3 и 2.1.4) с целью выяснения, насколько приведённые на рис. 1б результаты при размерах нанозёрен менее 15 нм имеют общий характер.

2.1.3. Коэффициент скоростной чувствительности напряжений течения. Термоактивационный анализ пластических и прочностных свойств кристаллических материалов является традиционным методом выяснения физического механизма их деформации в зависимости от структуры материала. Значимыми индикаторами здесь являются данные по скоростной и температурной зависимостям напряжений течения $\sigma = m_T \tau$, такие как величина коэффициента скоростной чувствительности (СЧ) напряжения течения $m = d \ln \sigma / d \ln \dot{\epsilon} = k_B T / V \tau$, а также величина активационного объёма V . На рисунке 2а приведены результаты определения коэффициента m для микротвёрдости H (предела текучести $\sigma_y = H/3$) поликристаллической меди при изменении размера зёрен в широком диапазоне от 10 до 10^6 нм [77]. Видно, что в области размеров зёрен $d < 1$ мкм коэффициент m в НК-меди значительно превышает его значение для крупнокристаллической меди (пунктирная линия). Рисунок 2б демонстрирует, как изменяется величина активационных объёмов V в единицах b^3 в ряде ГЦК НК-металлов (Ni [76], Cu [77] и сплава Ni–W [80]) по мере измельчения зёрен. Видно, что величина активационного объёма существенно снижается с уменьшением размера зерна.

Величина активационного объёма зависит от расстояния l между препятствиями с коротким радиусом действия, которые дислокации преодолевают в результате термофлуктуаций, а также от активационной ширины препятствия $\Delta x = vb$, $V = b \Delta x l = vb^2 l$, где v — ширина препятствия в единицах вектора Бюргерса. При наличии двух препятствий разного рода эффективный активационный объём определяется соотношением $V^{-1} = V_1^{-1} + V_2^{-1}$, откуда следует, что

$$V = \frac{b^2}{1/v_1 l_1 + 1/v_2 l_2}. \quad (5a)$$

Индексы 1 и 2 маркируют значения соответствующих параметров препятствий. В чистых ГЦК-металлах в нанозёрнах имеются два рода препятствий: это, как показывают результаты МД-моделирования [48, 106], границы нанозёрен, на которые опираются концы дислокационных петель при их перемещении по плоскостям скольжения, а также дислокации леса внутри зёрен в условиях множественного скольжения. В случае препят-

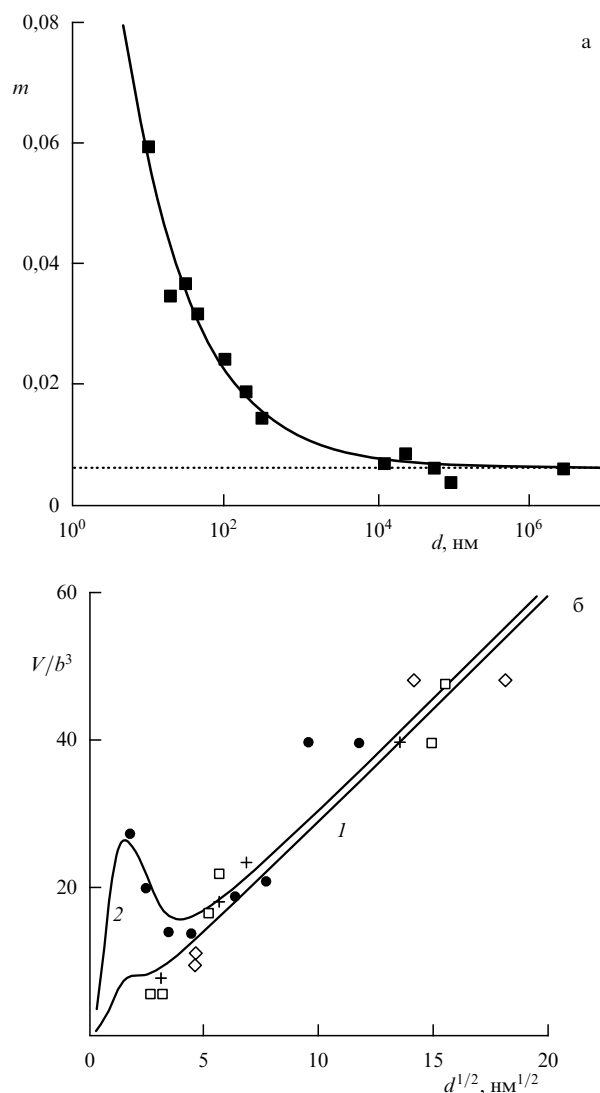


Рис. 2. Зависимости (а) коэффициента скоростной чувствительности предела текучести НК-меди m от размера зерна d [77] (кривая — согласно уравнению (6b)) и (б) активационного объёма V от размера зерна d в НК-металлах с ГЦК-решёткой: \square — Cu [80], \diamond — Ni [76], \bullet — сплав Ni–W [80], $+$ — Cu [77] (кривые 1 и 2 — согласно соотношению (5b)).

ствий в границах зёрен активационная длина определяется размером зёрен, $l_1 = \xi_1 d$, где $\xi_1 < 1$ — параметр, зависящий от изгиба петли и формы зерна. Для дислокаций леса в пересекающихся плоскостях скольжения активационная длина определяется плотностью дислокаций, $l_2 = \xi_2 / \rho^{1/2}$, где $\xi_2 \approx 1$. Подставляя эти соотношения в уравнение (5a), получаем зависимость активационного объёма от размера нанозёрен и плотности дислокаций,

$$V = \frac{\eta_1 b^2 d}{1 + (\eta_1 / \eta_2) d \rho^{1/2}}, \quad (5б)$$

где $\eta_1 = v_1 \xi_1$, $\eta_2 = v_2 \xi_2$.

На рисунке 2б кривые 1 и 2 показывают, согласно (5б), зависимость активационного объёма от размера зёрен в координатах $V/b^3 - d^{1/2}$. При построении кривой 1 использовались следующие значения параметров для НК-меди: $b = 0,25$ нм, $d_b = 80$ нм, $\eta_1 = 1,7$, $\eta_2 = 0,17$. При

достаточно больших размерах зёрен ($d \gg (m\epsilon_y)^{1/2} d_b \approx 20$ нм) для плотности дислокаций на пределе текучести имеем согласно (2) и (3) соотношение $\rho_y \approx (\beta_0 + m\beta\epsilon_y)/bd$. После подстановки его в (5б) находим в соответствии с экспериментом [42, 76, 77, 80], что

$$V \approx \frac{\eta_2(d/b)^{1/2} b^3}{(\beta_0 + m_T \beta \epsilon_y)^{1/2}} \sim d^{1/2}. \quad (5в)$$

В другом крайнем случае малых размеров зёрен $\rho_y \approx \beta/bd$ и согласно (5б) получаем соотношение $V = \eta_1 b^2 d$. Зависимости $V \sim d$ на рис. 2б соответствует участок кривой 1 для размеров нанозёрен $d < 7$ нм, когда имеет место зернограничное разупрочнение из-за аннигиляции дислокаций в границах зёрен. Из приведённых на рис. 2б данных видно также, что в случае сплава Ni–W [80] при размере зёрен менее 15 нм наблюдается рост активационного объёма, $V \sim d^{-1/2}$. Кривая 2 на этом рисунке демонстрирует результаты расчёта зависимости $V(d)$ согласно (5б) при значениях параметров $d_b = 180$ нм, $\eta_1 = 8,5$, $\eta_2 = 0,17$.

Таким образом, результаты анализа зависимости активационного объёма от размера нанозёрен в сплаве Ni–W показывают, что при самых малых их размерах пластическая деформация сплава контролируется перемещением дислокаций, и, следовательно, отклонение экспериментальных точек на рис. 1б от теоретической кривой не имеет закономерного характера.

Существенным аргументом в пользу дислокационного механизма пластической деформации нанозёрных материалов являются данные по зависимости от величины зерна коэффициента скоростной чувствительности напряжений течения m для НК-образцов металлов с ГЦК- (рис. 2а) и ОЦК- (рис. 3) решётками. В случае достаточно чистых НК-металлов с ГЦК-решёткой единственными барьерами для движущихся дислокаций внутри зёрен, как уже отмечалось, являются дислокации леса со средним расстоянием между ними $l_2 = \xi_2/\rho^{1/2}$. Величина активационного объёма V для них определяется формулой (5б). Подставляя (5б) в соотношение

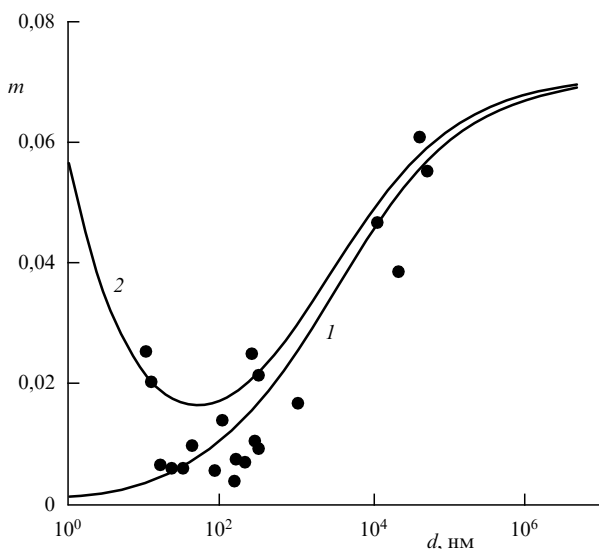


Рис. 3. Зависимость коэффициента скоростной чувствительности предела текучести α -Fe m от размера зерна d [74]. Кривые 1 и 2 — согласно соотношениям (8б) и (8в) соответственно.

$m = k_B T / V \tau$ для скоростного коэффициента, получаем после преобразований, с учётом того, что $\tau = \alpha \mu b \rho^{1/2}$, зависимость коэффициента m от d и ρ :

$$m = m_d \left(1 + \frac{\eta_2}{\eta_1 d \rho^{1/2}} \right), \quad m_d = \frac{k_B T}{\alpha \eta_2 \mu b^3}, \quad (6а)$$

где m_d — коэффициент СЧ в крупнозернистом материале. Принимая далее во внимание, что на пределе текучести $\rho \approx \chi_y / bd$, где $\chi_y = \beta_0 + m_T \beta \epsilon_y$, находим окончательно

$$m = m_d \left[1 + \frac{\eta_2}{\eta_1 \chi_y} \left(\frac{b}{d} \right)^{1/2} \right]. \quad (6б)$$

Кривая на рис. 2а демонстрирует зависимость $m(d)$ согласно (6б) при $\eta_2/\eta_1 \chi_y = 83$, $b = 0,26$ нм и $m_d = 6,4 \times 10^{-3}$ [77, 79]. Соотношение (6б) можно записать в более компактном виде

$$m = m_d \left[1 + \left(\frac{d_y}{d} \right)^{1/2} \right], \quad (6в)$$

где $d_y = (\eta_2/\eta_1 \chi_y)^2 b \approx 2$ мкм — характерный размер зёрен, когда они начинают оказывать влияние на скоростную чувствительность предела текучести (микротвёрдости) НК-материала.

Из приведённых на рис. 3 данных видно, что в случае металлов с ОЦК-решёткой, в отличие от ГЦК-металлов, измельчение зёрен вызывает не рост коэффициента скоростной чувствительности напряжений течения, а наоборот, его снижение. В металлах с ОЦК-решёткой при температурах ниже $0,15 T_m$ наряду с дислокациями леса препятствием для дислокаций внутри нанозёрен является рельеф Пайерлса с характерной активационной длиной l_p , равной критическому размеру парного кинка [106, 107]. С учётом этого обстоятельства для эффективного активационного объёма имеем соотношение $V^{-1} = V_1^{-1} + V_2^{-1} + V_3^{-1}$, где $V_3 = v_3 b^2 l_p$, и, следовательно,

$$V = \frac{\eta_1 b^2 d}{1 + (\eta_1/\eta_2) d \rho^{1/2} + (\eta_1/v_3)(d/l_p)}. \quad (7)$$

Принимая во внимание, что напряжение течения $\tau = \tau_p + \alpha \mu b \rho^{1/2}$ в рассматриваемом случае включает в себя напряжение Пайерлса τ_p , для скоростного коэффициента получаем соответственно выражение

$$m = m_p \frac{1 + (v_3/\eta_1)(l_p/d) + (v_3/\eta_2) l_p \rho^{1/2}}{1 + \alpha(\mu/\tau_p) b \rho^{1/2}}, \quad (8а)$$

$$m_p = \frac{k_B T}{v_3 b^2 l_p \tau_p},$$

где m_p — скоростной коэффициент для крупнозернистого ОЦК-металла. На рисунке 3 кривая 1 иллюстрирует зависимость $m(d)$ согласно соотношению (8а) при $\rho \approx \chi_y / bd$ и $d \gg l_p$. Это соотношение в рассматриваемом случае можно записать в следующем компактном виде:

$$m = m_p \left[1 + \left(\frac{d_p}{d} \right)^{1/2} \right]^{-1}, \quad d_p = \left(\frac{\alpha \mu}{\tau_p} \right)^2 \chi_y b, \quad (8б)$$

где d_p — характерный размер зерна, когда оно начинает заметно контролировать коэффициент СЧ предела текучести ОЦК-металла. Кривая 1 на рис. 3 соответствует формуле (8б) при $d_p = 2,9$ мкм и $m_p = 0,07$.

Из приведённых на рис. 3 данных видно также, что при величине нанозёрен $d < 10$ нм коэффициент m имеет тенденцию к росту. Эта тенденция может быть обусловлена двумя обстоятельствами [79]: 1) размером зёрен меньше размера парного кинка l_p (в α -Fe $l_p = 30b \approx 7,5$ нм [107]) и 2) плотностью дислокаций $\rho \sim d$, снижающейся с уменьшением размера нанозёрен вследствие аннигиляции дислокаций в их границах. Кривая 2 на рис. 3 иллюстрирует первое из названных обстоятельств в соответствии с соотношением

$$m = m_p \frac{1 + (v_3/\eta_1)(l_p/d)}{1 + (d_p/d)^{1/2}}, \quad (8b)$$

в котором $v_3/\eta_1 = 5$, $l_p = 7,5$ нм и $d_p = 2,9$ мкм. Второе обстоятельство, т.е. зернограницное разупрочнение, обсуждается в [79].

Таким образом, анализ с дислокационно-кинетических позиций наблюдаемых в нанокристаллических металлах отклонений от закона ХП и закономерностей, связанных с зависимостью активационных объёмов V и коэффициентов СЧ напряжений m от размера зёрен, показывает, что во всех рассмотренных случаях дислокации играют определяющую роль.

2.1.4. Микрополосы сдвига. Как установлено в [81, 82], пластическая деформация нанокристаллических образцов железа протекает неоднородно с образованием микрополос сдвига шириной $w \approx 60d$, со средним расстоянием между полосами $\Lambda \approx (2-10)w$ и величиной сдвига в полосах 200–300 %. Такая неоднородность деформации наблюдается только в том случае, если размер зёрен меньше некоторого критического значения d_c . В случае НК-железа критический размер равен 300 нм [82]. Электронно-микроскопическое исследование показывает, что внутри микрополос нанозёрна сильно вытянуты в направлении действия максимальных касательных напряжений и содержат большую плотность дислокаций, в то время как между полосами нанозёрна остаются недеформированными. Неоднородный на микроуровне характер пластической деформации зафиксирован и в ряде других НК-металлов [83, 84].

Как можно предполагать, образование регулярной системы микрополос в рассматриваемом случае, как и в других случаях неоднородной на микроуровне пластической деформации [56], связано с процессом пространственной самоорганизации дислокаций. Особенностью пластической деформации НК-материалов является, как уже было сказано, доминирующая роль границ зёрен как источников, барьеров и стоков для дислокаций. Указанные обстоятельства учитывает кинетическое уравнение для плотности дислокаций вида [83]

$$\rho \frac{\partial \rho(x, y, \gamma)}{\partial \gamma} + (\xi - 1) \frac{\lambda_D}{b} \left(\frac{\partial^2 \rho}{\partial y^2} + \frac{M}{\rho} \left(\frac{\partial \rho}{\partial y} \right)^2 \right) = (1 - \beta_{gb}) \frac{n}{b} + \frac{\beta}{bd} \rho - k_a \rho^2. \quad (9)$$

Здесь x — координата в направлении удлинения микрополос (в направлении действия максимальных касательных напряжений), y — координата в направлении расширения полос, $\lambda_D \approx d$ — расстояние диффузионного пробега дислокаций при расширении микрополосы, $\xi > 1$ — параметр, обеспечивающий пространственную

неустойчивость распределения плотности дислокаций (неустойчивость Тьюринга [108, 109]), $M = 1/m(d)$ — коэффициент, учитывающий дисперсию скорости дислокаций вследствие её зависимости от плотности дислокаций, $m(d)$ — как и ранее, коэффициент СЧ-напряжений течения. В уравнении (9) первый член в правой части описывает баланс плотностей источников $n = (sl_b d)^{-1}$ и стоков $n_g = \beta_{gb} n$ дислокаций в границах зёрен, где $s \approx 2b$ — ширина границ, l_b^{-1} — линейная плотность источников в границе, параметр $\beta_{gb} = n_g/n$ определяет относительную эффективность границ зёрен как источников и стоков для дислокаций. Второе слагаемое отражает процесс аккумуляции дислокаций внутри нанозёрен из-за ограничения длины их свободного пробега размером зерна ($\beta \approx 1$), третье слагаемое учитывает аннигиляцию винтовых компонент дислокационных петель.

Поскольку скорость удлинения микрополос существенно выше скорости их расширения, то вместо двумерной задачи рассмотрим её одномерный вариант, $\rho = \rho(y, \gamma)$. Решение нелинейного уравнения (9) будем искать в виде $\rho = v(\gamma) \psi(y)/bd$, где

$$v(\gamma) = \beta_0 \exp(-k_a \gamma) + \frac{\beta}{k_a} (1 - \exp(-k_a \gamma)) \quad (10)$$

— уравнение, описывающее деформационную часть эволюции плотности дислокаций в НК-металле (см. уравнение (2)). После подстановки (10) в (9) и разделения переменных γ и y получаем уравнение для пространственной части плотности дислокаций $\psi(y)$,

$$\frac{\partial^2 \psi}{\partial Y^2} + \frac{M}{\psi} \left(\frac{\partial \psi}{\partial Y} \right)^2 = (1 - \beta_{gb}) \frac{d}{v_0(\gamma) d_0} + \psi - \psi^2. \quad (11)$$

Здесь $Y = y/\Lambda_0$, $\Lambda_0(d) = [(\xi - 1) \lambda_D d / \beta]^{1/2} \sim d$, $d_0 = \beta^2 sl_b / bk_a$. Уравнение (11) содержит в правой части функцию $v_0(\gamma) = (k_a/\beta) v(\gamma)$, не сильно отличающуюся от единицы при $\beta_0 \approx \beta/k_a$, поэтому уравнения (10) и (11) можно считать практически разделёнными по переменным y и γ .

При $\beta_{gb} > 1$ и граничном условии $d\psi/dY|_{\psi=0} = 0$ решением уравнения (11) является эллиптический интеграл первого рода, $F(\theta, k)$ [83]. Используя эллиптическую функцию Якоби $sn(y)$, это решение можно записать в компактном виде

$$\psi(y, d) = \frac{\psi_0(d)}{1 - k^2 sn^2(y/\Lambda(d))}, \quad (12)$$

где $\psi_0(d)$ и $\Lambda(d)$ — соответственно безразмерная плотность дислокаций между микрополосами и расстояние между ними, $k = k(d)$ — модуль эллиптического интеграла. Явный вид зависимостей этих параметров от d приведён в [83]. На рисунке 4а, б показано распределение плотности дислокаций в НК-металле, $\rho(y, \gamma, d) = (1/bd) v(\gamma) \psi(y, d)$, согласно уравнениям (11) и (12) в координатах $\rho/\rho_m - y/\Lambda$ при $\gamma \rightarrow \infty$ и различных размерах зёрен d , где $\rho_m = \beta/bd_c k_a$, $d_c = 3\beta^3 sl_b / 16(\beta_{gb} - 1) bk_a^2$ — критический размер нанозёрен, при превышении которого микрополосы не формируются [83]. Из уравнений (11) и (12) следует, что при $d = d_c$ $k(d) = 0$ и плотность дислокаций распределена в НК-материале однородно, $\rho(y, d_c) = (1/2) \rho_m$ (рис. 4а).

При размерах нанозёрен $d < d_c$ плотность дислокаций распределяется неравномерно, образуя области (микрополосы) с высокой плотностью дислокаций

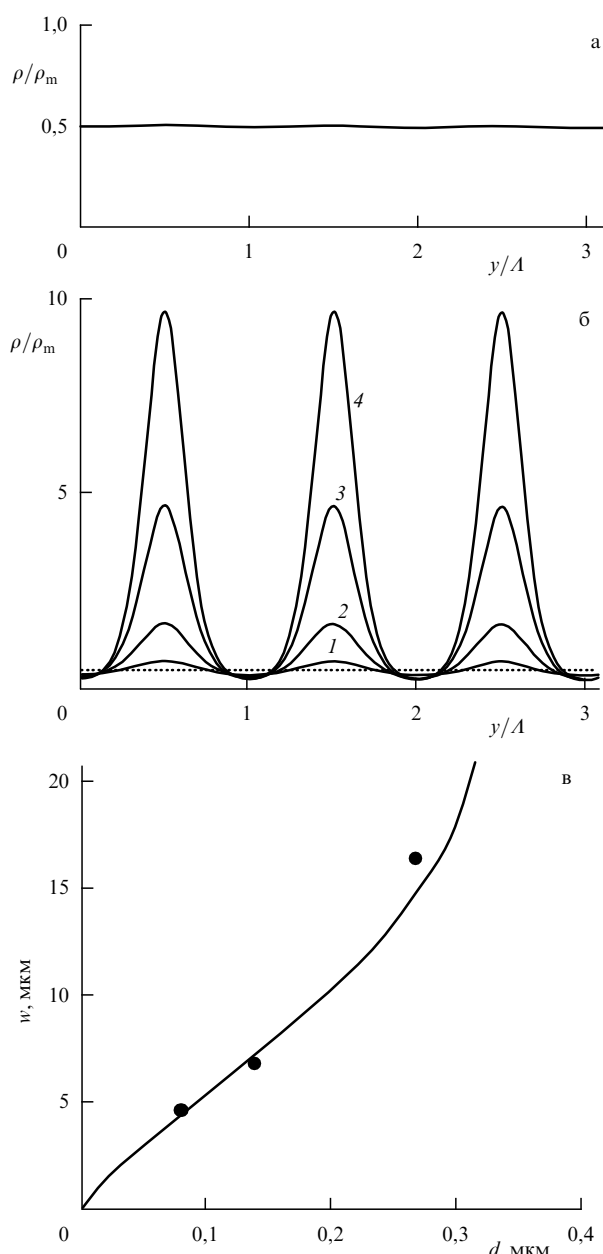


Рис. 4. Распределение плотности дислокаций ρ в НК-металле согласно соотношению (12) при различных размерах нанозёрен: (а) $d = d_c$, (б) $d = 0.9d_c$ (1), $d = 0.5d_c$ (2), $d = 0.2d_c$ (3), $d = 0.1d_c$ (4) и (в) зависимость ширины полос w в НК-Fe от размера нанозёрен [82].

(рис. 4б). Максимальная плотность дислокаций в полосе $\rho_{\max} \sim 1/d$ тем больше, чем меньше размер зёрен. Плотность дислокаций между полосами остаётся при этом на уровне $\rho(y, d_c) = (1/2)\rho_m$ (рис. 4б, пунктирная линия). На рисунке 4в приведены данные [82] по зависимости ширины микрополос сдвига w от величины нанозёрен в НК-железе. Кривая на рисунке иллюстрирует эту зависимость согласно уравнению (12) при $d_c = 350$ нм [83]. Ширина полос становится бесконечно большой при критической величине зерна $d = d_c$, плотность дислокаций в нанозёрнах остаётся при этом на уровне $(1/2)\rho_m$.

Таким образом, с позиций дислокационной кинетики пространственная неустойчивость пластической деформации НК-металлов в виде микрополос сдвига возникает при определённом количественном соотношении

между плотностью источников и стоков дислокаций в границах зёрен, их аккумуляцией и аннигиляцией в объёме нанозёрен.

Вслед за авторами [64, 80] следует также заметить, что имеется большое сходство между микрополосами сдвига в НК-металлах [81, 82] и микрополосами течения в аморфных металлах (металлических стёклах) [110]. В обоих случаях полосы ориентированы в направлении действия максимальных касательных напряжений. Это сходство распространяется и на вид диаграмм их деформации $\sigma - \varepsilon$, а именно на наличие высокого начального напряжения течения и отсутствие последующего заметного деформационного упрочнения. При размерах зёрен $d = 2-3$ нм рентген фиксирует в сплаве Ni-W сплошные диффузные кольца, и только электронная микроскопия высокого разрешения позволяет установить наличие границ у нанозёрен такого размера [72]. Отмеченные обстоятельства указывают на то, что ниже температуры стеклования пластическая деформация металлических стёкол имеет дислокационноподобный характер из-за существования в аморфном металле ближнего порядка и наличия атомных кластеров [111].

2.2. Методы улучшения пластических свойств нанокристаллических металлов

Высокая прочность нано- и субмикронанокристаллических металлов и сплавов сопровождается одновременно сильным снижением у них величины равномерной деформации ε_u , когда растягиваемый образец теряет пластическую устойчивость и в нём возникает область локализации деформации (шейка), вызывающая пластический разрыв образца после 2–3 %-ной его деформации. На рисунке 5 приведены результаты для НК-Cu [85], иллюстрирующие данное явление. Видно, что по мере роста предела текучести меди (в соответствии с соотношением ХП $\sigma_y \sim d^{-1/2}$) величина равномерной деформации неуклонно снижается. Отсутствие необходимого запаса пластичности (квазиохрупчивание) является существенным недостатком нано- и субмикронанокристаллических

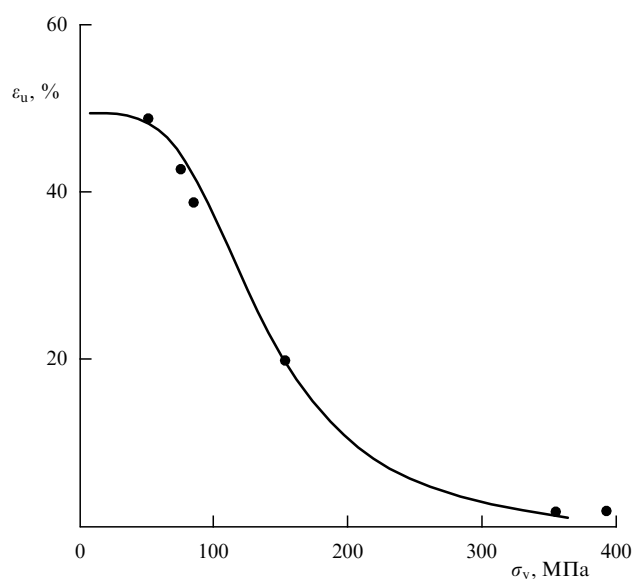


Рис. 5. Зависимость равномерной деформации ε_u от предела текучести σ_y при растяжении НК-Cu [85]. Кривая — согласно соотношению (13а).

металлов и сплавов и служит препятствием для их практического применения в условиях деформации растяжения.

Согласно известному критерию Консидера, $d\sigma/d\varepsilon \leq \sigma$, возникновению шейки на всё более ранней стадии пластической деформации способствует рост предела текучести σ_y , независимо от того, чем он вызван: легированием [112], уменьшением величины зёрен (ниже 10 мкм) [112], наличием радиационных дефектов [113] или в случае металлов с ОЦК-решёткой — ростом напряжения Пайерлса [114]. Второе обстоятельство, оказывающее влияние на величину деформации ε_u , касается влияния динамического отжига на коэффициент деформационного упрочнения $\theta = d\sigma/d\varepsilon$ на третьей стадии кривых деформации ГЦК- и ОЦК-металлов [112, 114].

Сильная чувствительность нанокристаллических металлов к шейкообразованию связана с двумя обстоятельствами: 1) с отмеченным выше существенным ростом предела текучести σ_y при измельчении зёрен и 2) снижением коэффициента деформационного упрочнения $d\sigma/d\varepsilon$, когда размер зёрен становится меньше 1 мкм и исчезает механизм размножения дислокаций на дислокациях леса [40, 87]. Подставляя напряжение (4) при $k_a = 0$ в условие Консидера $d\sigma/d\varepsilon \leq \sigma$, находим соотношения для величины равномерной деформации ε_u и соответствующего ей напряжения течения (условного предела прочности) σ_u [87]:

$$\varepsilon_u = \frac{1}{m_T k_b} \left[\ln \left(1 + \frac{1}{2} m_T k_b \right) + \ln \left(1 - \frac{\beta_0}{\beta} k_b \right) \right], \quad (13a)$$

$$\sigma_u = \sigma_b \left(\frac{d_b}{d} \right)^{1/2} \left(\frac{m_T/2}{1 + (1/2) m_T k_b} \right)^{1/2}, \quad (13b)$$

где $\sigma_b = m_T \alpha \mu (\beta b / d_b)^{1/2}$. Согласно выражению (13a), зависимость деформации ε_u от d целиком определяется зависимостью коэффициента аннигиляции дислокаций k_b от d , $k_b = (d_b/d)^2$ (см. уравнения (1)). Принимая во внимание это обстоятельство, соотношению $\sigma_y = \sigma(\varepsilon_y) \approx K_y d^{-1/2}$, следующему из уравнения (4), можно придать параметрический относительно деформации $\varepsilon_u(k_b)$ вид, $\sigma_y = \sigma_{y0} k_b^{1/4}$, где $\sigma_{y0} = K_y d_b^{-1/2}$. Кривая на рис. 5 построена согласно (13a) с учётом параметрической связи $\varepsilon_u(k_b)$ и $\sigma_y(k_b)$ при значениях параметров $\beta_0/\beta = 10^{-2}$, $d_b = 200$ нм, $\sigma_{y0} = 120$ МПа. Она демонстрирует количественную связь между деформацией ε_u и пределом текучести НК-меди. Более подробный анализ устойчивости металлов с микро- и нанозёрненной структурой к шейкообразованию проделан в [115].

2.2.1. Бимодальные микронанозёрненные структуры. Для улучшения пластических свойств нанометаллов (увеличения деформации ε_u) необходимо повысить их способность к деформационному упрочнению. Это может быть достигнуто, как продемонстрировано в [85–93], созданием бимодальных наномикрокомпозитных зёрненных структур. Они включают в себя некоторую долю зёрен микронного масштаба, способных деформационно упрочняться вследствие размножения в них дислокаций на дислокациях леса и образования стенок дислокационных ячеек.

В одномодальной микрозёрненной структуре чистых металлов при размерах зёрен $d > 1–10$ мкм эволюция плотности дислокаций с ростом степени деформации определяется кинетическим уравнением $d\rho/d\gamma = k_f \rho^{1/2} -$

$-k_a \rho$, где $k_f \approx 10^{-2}$. В результате с учётом начальной плотности дислокаций $\rho_0 = \beta_0/bd$ для напряжения течения σ имеем соотношение [88]

$$\sigma = m_T \alpha \mu \left[\left(\frac{\beta_0 b}{d} \right)^{1/2} \exp \left(-\frac{1}{2} m_T k_a \varepsilon \right) + \frac{b k_f}{k_a} \left(1 - \exp \left(-\frac{1}{2} m_T k_a \varepsilon \right) \right) \right]. \quad (14)$$

В бимодальной наномикрозёрненной структуре напряжения течения, согласно простому правилу смеси, определяется уравнением

$$\sigma(\varepsilon, f) = (1-f) \sigma^{(n)}(\varepsilon) + f \sigma^{(m)}(\varepsilon), \quad (15)$$

где f — объёмная доля зёрен микронного размера, а $\sigma^{(n)}$ и $\sigma^{(m)}$ — напряжения течения одномодальных нано- и микрокристаллических зёрненных структур согласно уравнениям (4) и (14).

На рисунке 6 приведены данные [91] по зависимости предела текучести, условного предела прочности и величины равномерной деформации для бимодальной наномикрозёрненной структуры в α -железе от объёмной доли в ней микрозёрен f . Кривые на рисунке демонстрируют результаты численного расчёта напряжений σ_y и σ_u и деформации ε_u в α -железе в соответствии с уравнениями (4), (14) и (15) и критерием Консидера. Расчёт осуществлялся применительно к данным для α -Fe ($b = 0,25$ нм, $\mu = 83$ ГПа), $\beta = 1$, $k_b = 0$, $b k_f = 2,2 \times 10^{-2}$. Размер нанозёрен равнялся 40 нм, микрозёрен — 1 мкм [91], а коэффициенты β_0 , α и k_a имели значения $5,5 \times 10^{-2}$, 0,2, 10 и 10^{-2} , 0,4, 3,0 соответственно для одномодальных нано- и микрозёрненных структур. Из рисунка 6 видно, что при объёмной доле микрозёрен $f > 30\%$ величина равномерной деформации составляет 7–8 %, что в 3–4 раза больше деформации ε_u в одномодальной НК-структуре ($\approx 2\%$). Такой рост величины равномерной деформации сопровождается 25 %-ным снижением пределов текучести σ_y и прочности σ_u , что с практической точки зрения является приемлемым результатом. Примерно такого же улучшения пластических свойств нанометаллов можно добиться и в рамках одномодальной нанозёрненной

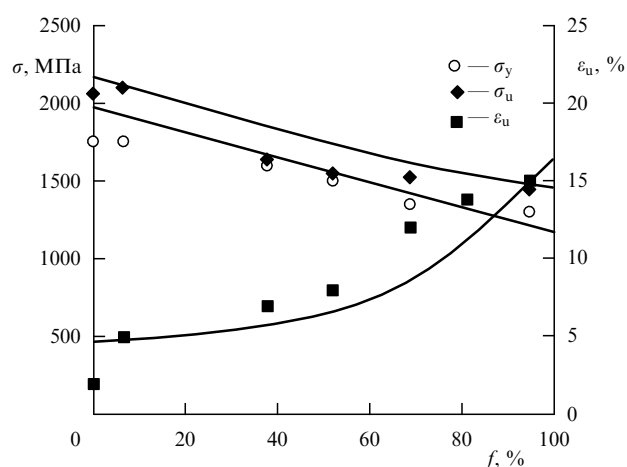


Рис. 6. Зависимость предела текучести σ_y , предела прочности σ_u и величины равномерной деформации ε_u образцов α -Fe с бимодальной микронанозёрненной структурой от объёмной доли микрозёрен f [91]. Кривые — согласно уравнениям (15) с учётом уравнений (4) и (14).

структуры, существенно увеличивая дисперсию распределения зёрен по размерам [89, 90]. С использованием феноменологических соотношений для напряжений течения одномодальных компонентов вопрос улучшения пластических свойств микронаноккомпозитов обсуждался в [87].

2.2.2. Нанодвойникованные субмикроразмерные структуры.

Эффективными средствами повышения пластических и прочностных свойств НК-металлов, как показывают результаты выполненных за последнее время исследований [94–101, 116–118], являются упрочняющий и пластифицирующий эффекты, связанные с наличием в субмикроразмерных структурах системы нанодвойников с линейной плотностью $1/\lambda$, где $\lambda = 10–100$ нм — расстояние между двойниковыми границами в субмикроразмерных. В субмикроразмерной меди двойниковые ламели указанных размеров получают методом импульсного электроосаждения атомов меди из раствора электролита CuSO_4 на подложку [93, 116]. Формированию нанодвойникованных (НД) структур способствуют также пластическая деформация субмикроразмерного материала при низких температурах и снижение энергии дефектов упаковки при легировании меди атомами Al и Zn [98, 117, 118].

На рисунке 7 показаны кривые растяжения нанодвойникованной меди с размером зёрен $d = 450$ нм при варьировании размера (толщины) двойников λ в широких пределах от 4 до 100 нм [97]. Из приведённых результатов видно, что при размере двойников 15 нм достигается оптимальное сочетание прочности (1050 МПа) и пластичности (9 %) НД-меди. Рисунок 8 иллюстрирует зависимость предела текучести $\sigma_y \equiv \sigma_{0.2}$ НД-меди от толщины двойников λ в координатах ХП. Для сравнения приведены также данные для НК-меди [40, 119] при варьировании размера зёрен в пределах 7–100 нм. Из сравнения этих данных видно, что вплоть до толщины двойников 15 нм границы двойников являются такими же эффективными барьерами и источниками дислокаций, как и границы нанозёрен. Это обстоятельство подтверждают также данные по зависимости коэффициента скоростной чувствительности напряжений течения и активационных

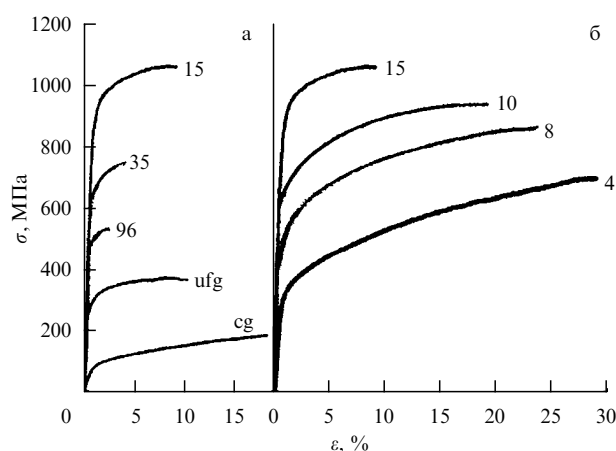


Рис. 7. Кривые растяжения крупнозернистой (cg), ультрамелкозернистой (ufg) ($d = 450$ нм) и нанодвойникованной ($\lambda = 4–96$ нм) меди [97]. Цифры у кривых — толщина нанодвойников λ в нм, (a) $\lambda > 15$ нм, (б) $\lambda < 15$ нм.

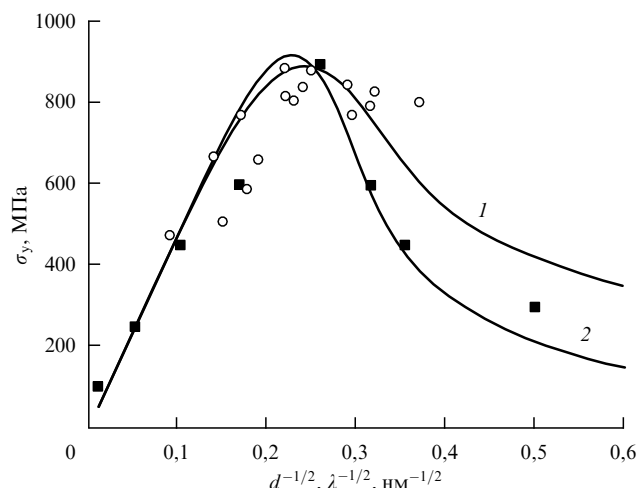


Рис. 8. Зависимость предела текучести σ_y нанокристаллической [119] и нанодвойникованной [97] меди соответственно от размера нанозёрен d (○) и нанодвойников λ (■). Теоретические кривые — см. текст.

объёмов НД-меди от толщины двойниковых ламелей [98–101]. Практически они не отличаются от результатов для НК-меди.

Из приведённых на рис. 7 и 8 результатов видно также, что при толщинах двойников менее 15 нм наблюдаются отклонения от нормального соотношения ХП и сильное снижение прочности НД-меди, подобно тому как это имеет место в НК-меди и других нанокристаллических металлах и сплавах при размерах нанозёрен менее 10–20 нм [39–43]. Как уже отмечалось, механизм зернограничного разупрочнения НК-материалов остаётся до сих пор дискуссионным. В качестве этого механизма рассматривают зернограничное проскальзывание [5, 47–49], поглощение дислокаций границами нанозёрен, сопровождаемое их аннигиляцией [4, 40], аморфизацию границ [80] и насыщение объёма нанозёрен дислокациями, испущенными из границ [39]. Наличие нарушения соотношения ХП в НД-меди вносит новый момент в эту дискуссию.

По мнению авторов [97], наблюдаемое разупрочнение нанодвойникованной меди при $\lambda < 15$ нм ставит под сомнение механизм зернограничного разупрочнения НК-меди, связанный с проскальзыванием и вращением зёрен. Разумеется, проскальзывание и вращение имеют место, но являются не причиной, а следствием поглощения границами дислокаций [4, 40]. К этому следует добавить, что аналогичные претензии можно предъявить также к механизмам аморфизации границ [80] и насыщения объёма нанозёрен дислокациями, испущенными из границ [39]. Авторы [98–101], опираясь на данные электронно-микроскопических исследований и термоактивационного анализа [98–101], а также МД-моделирования НД-меди [120, 121], считают, что нарушение соотношения ХП при толщине двойниковых ламелей меньше 15 нм обусловлено взаимодействием решётчных дислокаций с границами двойников. Это взаимодействие состоит в поглощении и испускании границами дислокаций, что вызывает потерю границами когерентности, в результате чего границы двойников становятся в чём-то похожими на границы зёрен.

С позиций дислокационной кинетики механизм зернограничного разупрочнения НК-металлов в результате

поглощения дислокаций границами нанозёрен и их аннигиляции в границах рассматривается в [4, 40] и обсуждается в настоящем обзоре (см. раздел 2.1). На рисунке 8 кривая 1 демонстрирует зависимость предела текучести НК-меди согласно соотношению (4) при $\varepsilon_y = 0,2\%$, $k_b = (d_b/d)^2$, $d_b = 180$ нм, $b = 0,26$ нм, $\beta_0 = 10^{-2}$, $\alpha = 0,5$, $\mu = 48$ ГПа. Зависимость $k_b \sim d^{-2}$ предполагает, что поглощение дислокаций границами зёрен сопровождается аннигиляцией дислокаций разного знака в границе в результате их диффузионного переползания [40]. При диффузионном растворении границей одиночных дислокаций зависимость коэффициента аннигиляции от размера зерна имеет вид $k'_b = (d'_b/d)^3$ [40]. На рисунке 8 кривая 2 показывает зависимость $\sigma_y(d)$ при $k'_b \sim d^{-3}$ и $d'_b = 80$ нм, остальные параметры те же, что и в случае кривой 1. Видно, что она близка к экспериментальной зависимости предела текучести НД-меди $\sigma_y(\lambda)$ при размерах двойниковых ламелей $\lambda < 15$ нм. Это обстоятельство может служить аргументом в пользу механизма разупрочнения нанодвойникованных зёрнистых структур вследствие диффузионного поглощения (растворения) решёточных дислокаций границами двойников. В [122] установлено, что в меди диффузия вдоль некогерентных двойниковых границ существенно не отличается от диффузии вдоль границ зёрен.

Особенностью нанодвойникованной меди по сравнению с НК-медью является её повышенная устойчивость к шейкообразованию (см. рис. 7). На рисунке 9 приведены данные по зависимости деформации начала образования шейки ε_u от размера нанозёрен d и толщины нанодвойников λ соответственно в НК- [98] и НД- [96, 97] меди. Видно, что эти зависимости имеют противоположный характер. Кривая 1 на рис. 9 демонстрирует результат расчёта деформации ε_u в НК-меди согласно соотношению (13а). Наблюдается хорошее соответствие теории и эксперимента. Анализ показывает, что, основываясь только на критерии Консидера, не удастся с дислокационно-кинетических позиций обосновать повышенную устойчивость нанодвойникованных субмикроструктур к шейкообразованию и установить

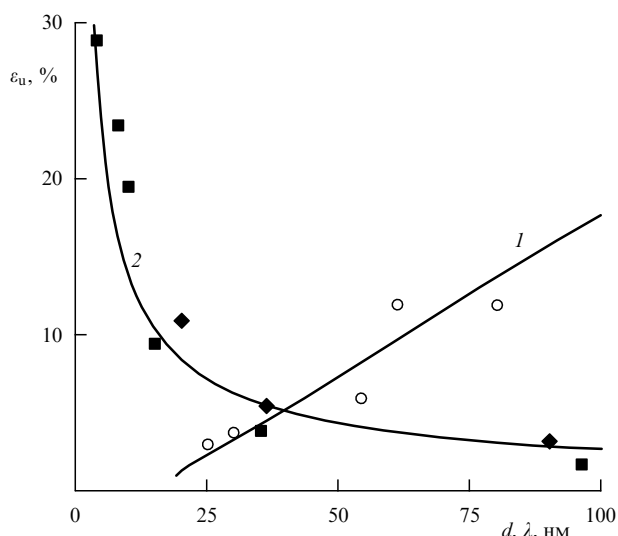


Рис. 9. Зависимость величины равномерной деформации до начала формирования шейки ε_u в нанокристаллической [98] и нанодвойникованной [96, 97] меди соответственно от размера нанозёрен d (○) и толщины нанодвойников λ (■, ◆).

количественную связь между размером двойников λ и величиной деформации ε_u (см. рис. 9).

Для этого необходимо, как отмечено в [101], наряду с коэффициентом деформационной чувствительности напряжений течения $n = d \ln \sigma / d \ln \varepsilon$ учитывать в модифицированном соотношении Харта для деформации ε_u [123],

$$\varepsilon_u = \frac{\exp(n)}{[1 - (1 - \Delta_0)^{1/m}]^m} - 1, \quad (16)$$

также коэффициент скоростной чувствительности напряжений течения $m = d \ln \sigma / d \ln \dot{\varepsilon}$, где Δ_0 — величина начального геометрического дефекта сечения растягиваемого образца. Из формулы (16) следует, что рост коэффициента СЧ придаёт дополнительную устойчивость деформации растяжения образца, вызывая рост деформации ε_u сверх определяемой критерием Консидера. Действительно, подставляя в (16) коэффициент СЧ предела текучести (6в) в виде зависимости его от толщины двойников $m = m_d(1 + (\lambda_y/\lambda)^{1/2})$, получаем при $n = 0$, $\Delta_0 = 0,01$, $m_d = 5 \times 10^{-3}$ и $\lambda_y = 1,5$ мкм результат, согласующийся с экспериментом (см. рис. 9, кривая 2).

Подводя итог проведённому дислокационно-кинетическому анализу прочностных и пластических свойств нанокристаллических металлов, можно заключить, что дислокации играют определяющую роль при объяснении всех особенностей механического поведения этих материалов.

3. Размерные эффекты при деформации микро- и нанокристаллов

Первые результаты исследований влияния размерного фактора на прочность кристаллов были получены более полувека назад [13, 14, 124]. При растяжении тонких монокристаллов меди было найдено, что предел текучести образцов с поперечным размером 120 мкм заметно выше, чем у монокристаллов с $D > 500$ мкм [124]. Опыты с деформацией бездислокационных микрокристаллов (металлических усов) Cu, α -Fe и Ag диаметром 5–20 мкм показали [13–15], что их прочность (предел текучести) приближается к теоретической прочности на сдвиг, равной $\mu/10 - \mu/20$.

В 1960-х гг. был обнаружен ряд других эффектов, связанных с влиянием размерного фактора на прочность и деформационное поведение металлических кристаллов. Так, при растяжении микрокристаллов (усов) меди диаметром $D < 20$ мкм было установлено [125], что на второй (линейной) стадии их кривых растяжения коэффициент деформационного упрочнения (ДУ), $\theta_2 = d\tau/d\gamma$, сильно снижается и при $D = 5 - 10$ мкм приближается по величине к коэффициенту ДУ на первой стадии (стадии лёгкого скольжения), θ_1 . Таким образом, было продемонстрировано, что утончение кристалла способствует исчезновению второй стадии ДУ и появлению первой стадии с более низким коэффициентом ДУ, как это имеет место в объёмных кристаллах меди [126, 127] при изменении ориентации их оси растяжения от [100] и [111] к [110].

На возникновение и исчезновение первой стадии ДУ в тонких кристаллах оказывает влияние также поверхность кристалла. Наличие прочной оксидной плёнки на поверхности [128], или специального на ней покрытия [129], или упрочнённого тем или иным способом при-

поверхностного слоя [130, 131] способствует накоплению дислокаций в кристалле, росту коэффициента ДУ и исчезновению первой стадии. Наоборот, обработка поверхности кристалла, облегчающая уход из него дислокаций, например, в результате электролитического или химического травления поверхности в процессе деформации, ведёт к снижению деформирующего напряжения и возникновению стадии с низким коэффициентом ДУ [132, 133].

В рамках дислокационно-кинетического подхода отмеченные выше размерные эффекты в кристаллах с поперечными размерами $D > 100$ мкм были количественно проанализированы в работах [127, 134] (см. также обзор [56]). В настоящем разделе в рамках аналогичного подхода будут проанализированы размерные эффекты в кристаллах с поперечными размерами 0,1–10 мкм в отсутствие (см. раздел 3.1) и при наличии (см. раздел 3.2) в них номинального градиента пластической деформации.

3.1. Прочность и пластичность микро- и нанокристаллов

3.1.1. Кривые растяжения и сжатия макро-, микро- и нанокристаллов. На рисунке 10 в координатах напряжение сдвига τ –деформация сдвига γ приведены кривые растяжения монокристаллов меди с осью растяжения [100], толщиной $D = 0,1–2$ мм [124], а на рис. 11 — образцы кривых растяжения медных усов с поперечными размерами $D = 5–20$ мкм [125]. Наряду с известными данными Бреннера [13, 14], они демонстрируют первые результаты исследования влияния размерного фактора на вид и параметры кривых деформационного упрочнения кристаллов с размерами поперечного сечения $D > 1$ мкм. Из приведённых на рис. 10 данных видно, что по мере утончения кристалла длина первой стадии (лёгкого скольжения) на кривой растяжения непрерывно возрастает, а коэффициент деформационного упрочнения на второй стадии θ_2 у кристаллов с $D = 0,12$ и $0,2$ мм уменьшается.

Это снижение особенно заметно на диаграммах растяжения микрокристаллов меди (см. рис. 11). Каждая из показанных на этом рисунке диаграмм σ – ε состоит из трёх характерных участков: зуба текучести, связанного с малой начальной плотностью источников дислокаций в микрокристалле, площадки текучести и участка второй стадии ДУ. Видно, что коэффициент ДУ на втором участке, $\theta_2 = d\sigma/d\varepsilon = \theta_2/m_{Sm}^2$, по мере утонче-

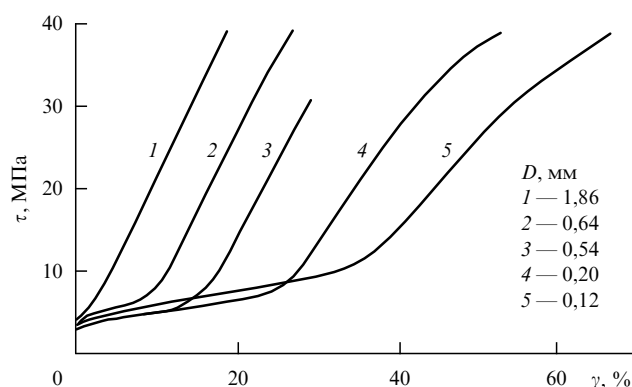


Рис. 10. Кривые растяжения монокристаллов меди с различным размером поперечного сечения D , с ориентацией оси нагружения вдоль направления [001] [124].

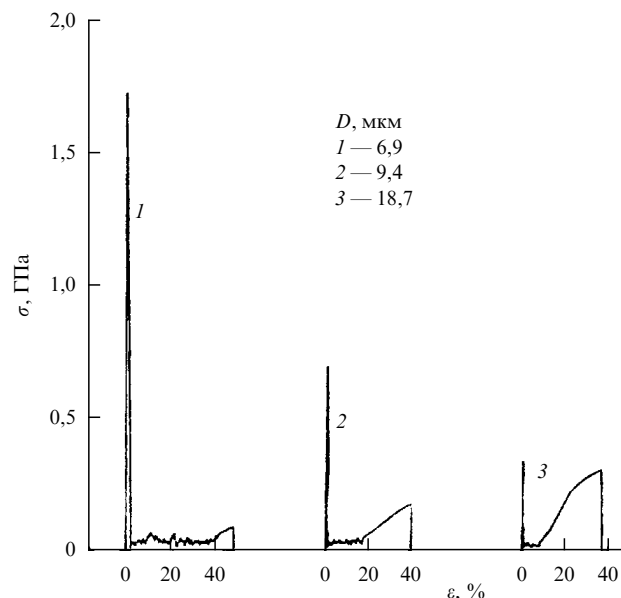


Рис. 11. Кривые растяжения микрокристаллов (усов) меди [125] с различным размером поперечного сечения D , с ориентацией оси нагружения вдоль направления [111].

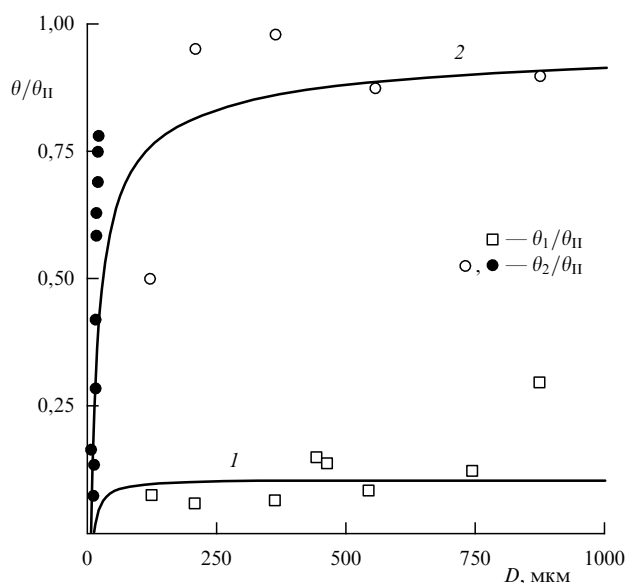


Рис. 12. Зависимость коэффициентов деформационного упрочнения на первой (θ_1) [124] и второй (θ_2) [124, 125] стадиях кривых растяжения микро- и макрокристаллов меди от их поперечного размера D в координатах $\theta/\theta_{II} - D$.

ния микрокристалла падает (m_{Sm} — фактор Шмида). На рисунке 12 показаны экспериментальные зависимости коэффициентов θ_1 и θ_2 от поперечного размера кристаллов Си в координатах $\theta/\theta_{II} - D$, иллюстрирующие это наблюдение. Здесь $\theta_{II} \approx (2–2,5) \times 10^{-3} \mu$ — коэффициент ДУ на второй стадии кривых растяжения массивных кристаллов с ГЦК-решёткой [135]. Согласно [124], в меди $\theta_{II} = 200$ МПа. Тёмными кружками на рисунке обозначены относительные значения коэффициента θ_2/θ_{II} в микрокристаллах (усах) меди [125], светлыми квадратами и кружками — значения коэффициентов соответственно θ_2 и θ_1 в относительно тонких, $D = 0,1–1$ мм, монокристаллах меди [124].

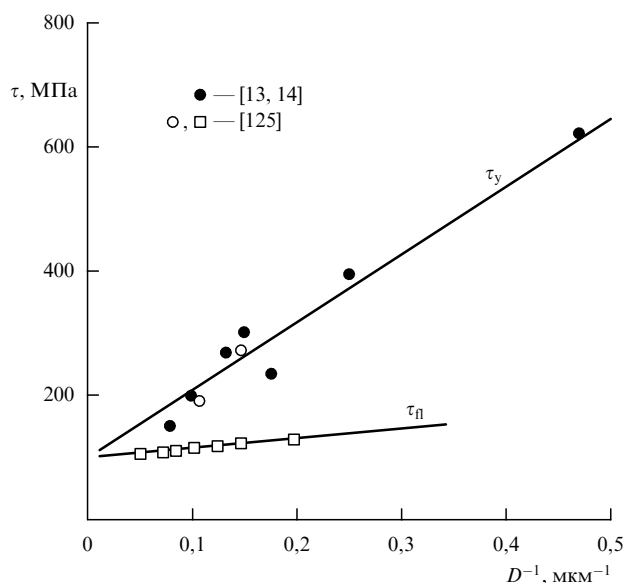


Рис. 13. Зависимость предела текучести τ_y и напряжения течения $\tau_{\text{п}}$ микрокристаллов Cu [13, 14, 125] от размера их поперечного сечения D в координатах $\tau - D^{-1}$.

Из приведённых на рис. 12 результатов видно, что коэффициент ДУ на стадии лёгкого скольжения на порядок величины ниже по сравнению с коэффициентом θ_2 . Другой вывод, который можно сделать на основании этих данных, состоит в том, что для кристаллов толщиной $D = 5-10$ мкм $\theta_2 \approx \theta_1$. Это означает, что у таких микрокристаллов вторая стадия упрочнения, связанная с размножением движущихся дислокаций на дислокациях леса в некопланарных плоскостях скольжения, практически отсутствует.

Из приведённых на рис. 11 результатов следует также, что величина зуба текучести τ_y , напряжение течения $\tau_{\text{п}}$ и величина сдвига $\gamma_L = \varepsilon_L / m_{\text{Sm}}$ на площадке текучести возрастают с уменьшением поперечного размера микрокристалла. Рисунок 13 демонстрирует зависимость этих напряжений от указанного размера в координатах $\tau - D^{-1}$. Кроме данных работы [125], на рисунке показаны также результаты Бреннера [13, 14] для напряжения τ_y в микрокристаллах меди. Прямые на рис. 13 соответствуют эмпирическим соотношениям вида

$$\tau_y = \tau_0 + k_y \frac{\mu b}{D}, \quad \tau_{\text{п}} = \tau_0 + k_{\text{п}} \frac{\mu b}{D}, \quad (17)$$

где коэффициенты k_y и $k_{\text{п}}$ равны соответственно 93 и 13, а $\tau_0 = 100$ МПа. В микрокристаллах α -Fe для напряжения на верхнем пределе текучести τ_y [13, 14] имеет место аналогичного вида соотношение $\tau_y = \tau_0 + k_y (\mu b / D)$, где $k_y = 280$, $\tau_0 = -0,4$ ГПа.

В [125] найдено также, что в медных усах зависимость деформации на площадке текучести от размера микрокристалла подчиняется уравнению $\varepsilon_L = 1,67/D$, где D выражено в микрометрах. Деформацию сдвига на площадке текучести $\gamma_L = \varepsilon_L / m_{\text{Sm}}$ можно записать в следующем компактном виде: $\gamma_L = D_L / D$, где $D_L = 1,67 / m_{\text{Sm}} \approx 3,3$ мкм при $m_{\text{Sm}} = 0,5$. Полагая далее, что напряжение $\tau_{\text{п}}$ и деформация сдвига γ_L на площадке текучести связаны соотношением $\tau_{\text{п}} - \tau_0 = \theta_2 \gamma_L$, для характерного размера сечения микрокристалла D_L получаем теоретическую оценку $D_L = k_{\text{п}} (\mu / \theta_2) b$. Как видно из рис. 12

(тёмные кружки), при $D \approx 20$ мкм коэффициент $\theta_2 \approx 0,75 \theta_{\text{п}}$, и его величина снижается с уменьшением поперечного сечения кристалла. Считая, что в среднем $\theta_2 \approx 0,5 \theta_{\text{п}}$, находим при $\theta_{\text{п}} / \mu = 2,5 \times 10^{-3}$ [135], $k_{\text{п}} = 13$ и $b = 0,256$ нм оценку характерного размера $D_L \approx 2,7$ мкм, близкую к экспериментальной.

Таким образом, анализ результатов первого этапа исследования влияния размерного фактора на прочность и деформационное поведение кристаллов с поперечными размерами в диапазоне $D = 5-100$ мкм показывает, что это влияние значительно и сказывается на форме кривых деформационного упрочнения кристаллов, на их параметрах и на повышенной чувствительности тонкоразмерных кристаллов к состоянию их поверхности.

Новый этап в изучении влияния поперечных размеров кристаллов на их прочностные и деформационные (пластические) свойства, как уже было отмечено во введении, наступил несколько лет назад в связи с разработкой эффективного способа получения кристаллов с поперечными размерами $D < 1$ мкм в виде микростолбиков (micropillars) путём травления поверхности макрокристалла фокусированным ионным пучком [16-18, 136] или литографического травления осаждённых на подложку тонких металлических плёнок [19, 137].

Первые опыты по сжатию микростолбиков в наноинденторах с уплощённым алмазным наконечником были проведены на микрокристаллах никеля [16] и золота [17]. В настоящее время с различной степенью подробности изучена большая группа металлов с ГЦК- (Ni [16, 136, 138-141], Au [17, 18, 142-148], Cu [149-153], Al [137, 154-156], Ag [157, 158]) и ОЦК- (Mo [148, 159-167], Nb [164, 165, 167], W [164, 167], Ta [164, 167], V [168]) решётками, а также микрокристаллы сплава Ni_3Al [16] и щелочно-галогенидного кристалла LiF [169, 170]. Наиболее исследованными в настоящий момент являются микро- и нанокристаллы никеля, золота и молибдена. На рисунке 14 приведены образцы микростолбиков золота диаметром 660 нм, высотой 2,14 мкм в исходном состоянии и после деформации величиной 10 и 20 % [17, 18]. Обращает на себя внимание, что, как и в кристаллах с размерами $D > 1$ мкм, на поверхности деформированных кристаллов диаметром $D < 1$ мкм наблюдаются линии скольжения, особенно заметные после значительной пластической деформации (рис. 14в).

На рисунке 15а показаны диаграммы сжатия микростолбиков Ni с ориентацией оси нагружения [111] при

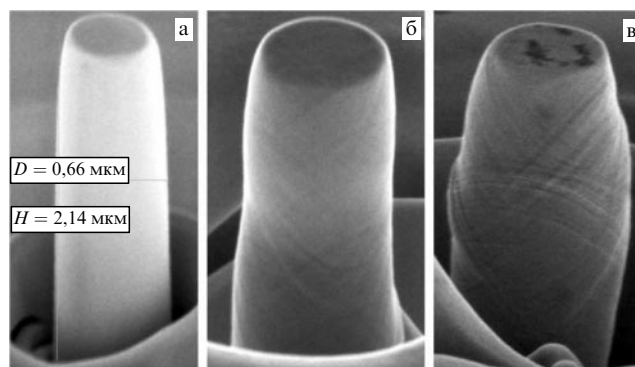


Рис. 14. Микрокристаллы золота диаметром 660 нм и высотой 2,14 мкм до деформации (а) и после деформации сжатия 10 % (б) и 20 % (в) [17, 18].

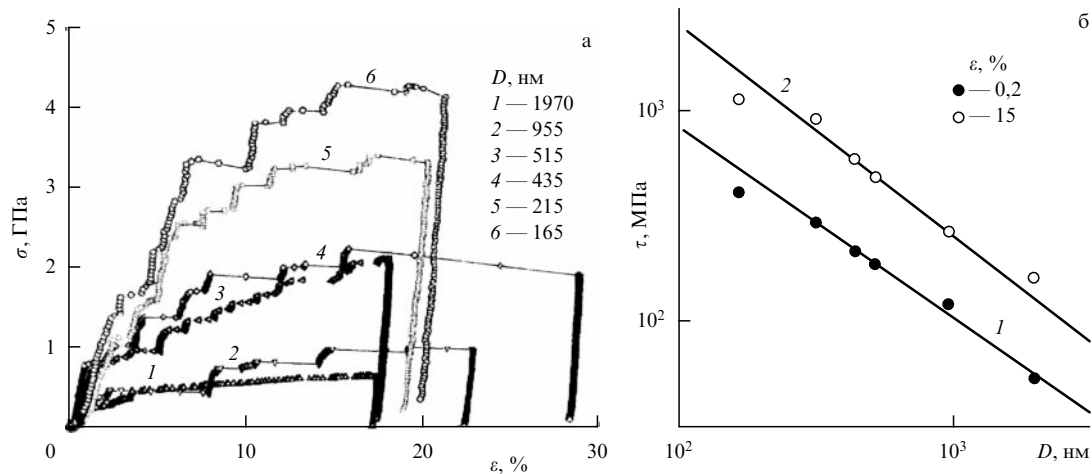


Рис. 15. Диаграммы сжатия микростолбиков Ni различного диаметра в направлении [111] [139] (а) и зависимость предела текучести $\tau_{0,2}$ и напряжения течения микростолбиков τ_{Π} при $\varepsilon = 15\%$ от их поперечного размера D (б).

варьировании их диаметра в широком диапазоне от 165 до 1970 нм [139]. Видно, что по мере утончения кристаллов их напряжения течения сильно возрастают, увеличивается также дискретность скольжения, о чём свидетельствуют скачки деформации на кривых. Ступенчатый характер кривых связан с тем, что деформация кристалла в наноинденторе осуществлялась в рассматриваемом случае в условиях постоянной скорости приложения нагрузки (мягкий режим нагружения). В условиях постоянной скорости деформации (жесткий режим нагружения) диаграммы сжатия нанокристаллов приобретают зубчатый характер [18, 141, 157].

На рисунке 15б приведены результаты обработки диаграмм сжатия кристаллов Ni (рис. 15а). Кривые 1 и 2 демонстрируют зависимости сдвигового напряжения течения $\tau = m_{\text{см}}\sigma$ от диаметра микростолбиков D при двух степенях деформации, 0,2 и 15 %. Первое напряжение может рассматриваться в качестве напряжения τ_y , соответствующего началу пластической деформации нанокристалла, второе, τ_{Π} , — состоянию его развитого пластического течения. В пределах разброса экспериментальных данных рассматриваемые зависимости могут быть аппроксимированы соотношениями вида

$$\tau_y = k_y \left(\frac{b}{D} \right)^n \mu, \quad \tau_{\Pi} = k_{\Pi} \left(\frac{b}{D} \right) \mu, \quad (18)$$

где $n = 0,9$, $k_y = 2,3$, $k_{\Pi} = 13,3$. Следует заметить, что второе соотношение (18) аналогично второму соотношению (17) для напряжения течения τ_{Π} микрокристаллов (усов) Cu при деформациях на площадке текучести порядка 10–40 % (см. рис. 11).

При деформациях $\varepsilon > 10\%$ зависимости, аналогичные второму соотношению (18), наблюдаются также в микро- и нанокристаллах Au [148], Ag [157] с коэффициентом $k_{\Pi} = 11–13$, изменяющимся в узких пределах. Что касается напряжений при деформациях $\varepsilon \leq 3\%$, то, согласно результатам [138, 139, 144, 147], для металлов с ГЦК-решёткой средние значения $n \approx 0,67$, $k_y \approx 0,6–0,7$ (рис. 16). Для нанокристаллов с ОЦК-решёткой, Mo [148], Nb [164] и V [168], в интервале размеров $D = 100–1000$ нм и деформаций $\varepsilon \leq 3\%$ $n = 0,8–1,0$, $k_y = 3–6$, но имеются также отдельные результаты для микросто-

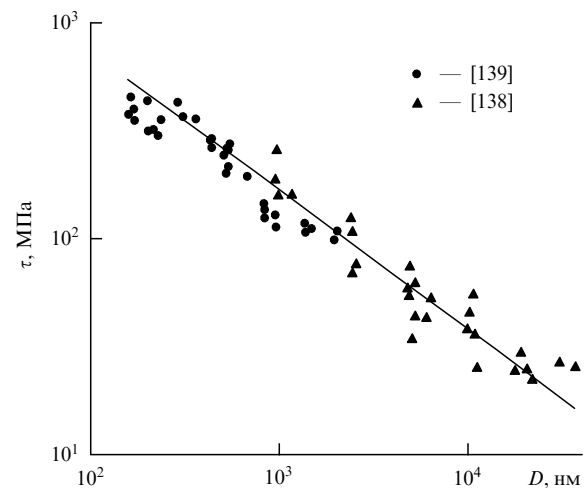


Рис. 16. Зависимость напряжений течения нано- и микрокристаллов Ni от их поперечного сечения D при $\varepsilon = 3\%$ [138, 139].

биков W, Ta, Nb с $n = 0,4–0,5$ [164, 167]. В микрокристаллах LiF [169] $n = 0,74$, $k_y = 4$ [58].

Особый случай представляют бездислокационные микрокристаллы (усы). Согласно приведённым на рис. 13 данным, показатель степени n в соотношениях (17) для предела текучести бездислокационных медных и железных усов равен единице. Коэффициенты $k_y = 93$ (Cu) и 280 (Fe) в бездислокационных кристаллах существенно больше коэффициентов $k_y \approx 1$ для кристаллов, содержащих начальную плотность дефектов в виде дислокаций или ступенек на поверхности кристалла (18). В специально приготовленных бездислокационных и бездефектных микростолбиках Mo [159, 160, 163] диаграммы деформации имеют катастрофический характер, как и в случае микрокристаллов (усов) меди (см. рис. 11). Напряжение начала пластической деформации (верхний предел текучести) достигает у них теоретической прочности на сдвиг, равной $\mu/20$, и перестаёт зависеть от поперечного размера кристалла [159, 160].

Таким образом, исследование кристаллов с поперечными размерами 100–1000 нм показало, что обнаруженные ранее особенности деформирования кристаллов с

размерами поперечного сечения $D = 1–20$ мкм усиливаются в нанодиапазоне. Прочность кристаллов с уменьшением D продолжает расти как на начальной стадии деформации (см. рис. 16), так и на стадии развитого пластического течения (рис. 15б), диаграммы деформации после начального сильного роста напряжения течения имеют тенденцию к насыщению в отсутствие второй стадии ДУ (рис. 15а), а дискретность скольжения и чувствительность кристаллов к поверхностным дефектам возрастают.

3.1.2. Механизм влияния размерного фактора. Приведённые выше результаты стали предметом экспериментального исследования (электронная микроскопия на просвет [139–141, 155, 163, 171, 172]), компьютерного 3D-DDD (3D-Discrete Dislocation Dynamics) [51–55, 173–175] и МД- [176–178] моделирования, а также их анализа в рамках дислокационно-кинетического [58, 136] и статистического [179, 180] подходов с целью установления механизма (механизмов) влияния размеров кристалла на его прочность и деформационное поведение.

Обсуждение первых результатов [17, 18, 142] по пластическому деформированию микро- и наностолбиков привело авторов к выводу, что их высокая прочность связана с необходимостью в процессе деформации микро- или нанокристалла активизировать дислокационные источники Франка–Рида (ФР) со всё более короткими критическими длинами. Генерируемые источниками дислокации уходят из тонкого кристалла через его поверхность, не подвергаясь актам размножения и взаимодействия друг с другом, вследствие чего деформируемый кристалл испытывает "дислокационный голод".

В [16, 138] было обращено внимание на ещё одно обстоятельство, а именно что на диаграммах сжатия микро- и наностолбиков начальная стадия сильного деформационного упрочнения сменяется стадией с очень низким коэффициентом ДУ. Истощение деформационного упрочнения (strain-hardening exhaustion) авторы [16, 138] связывают с истощением работы дислокационных источников. Механизмы дислокационного голодания (dislocation starvation mechanism [142]) и истощения дислокационных источников (dislocation source exhaustion mechanism [138]) как причины высокой прочности наноразмерных кристаллов в дальнейшем широко обсуждались, проверялись и уточнялись с привлечением электронно-микроскопических данных и результатов 3D-DDD моделирования.

При обсуждении диаграмм деформации микро- и нанокристаллов (рис. 15а) и результатов электронно-микроскопических наблюдений и 3D-моделирования возникают два важных вопроса: 1) как изменяется плотность дислокаций ρ в микро- и нанокристаллах с уменьшением их поперечного сечения и 2) подчиняется ли напряжение течения кристалла соотношению Тейлора, $\tau = \alpha \mu b \rho^{1/2}$.

Исследование с помощью трансмиссионного электронного микроскопа дефектной структуры микро- и субмикрокристаллов, полученных травлением поверхности материнского кристалла фокусированным ионным пучком, показало, что приповерхностный слой микро- и наностолбиков толщиной в несколько десятков нанометров содержит дислокационные петли внедрения, образовавшиеся из-за проникновения ионов Ga^+ внутрь кристалла [139, 141, 163]. После небольшой пластической деформации эти петли исчезают в результате их заметания

движущимися дислокациями и уходят из кристалла, не оказывая заметного влияния на его прочность. 3D-моделирование этого процесса [173] подтвердило незначительную роль указанных петель в механизме влияния размерного фактора на прочность наноразмерных кристаллов с $D > 100$ нм. Однако полностью исключать их влияние как потенциальных источников ФР [139] представляется преждевременным. Так, при сжатии нанокристаллов Мо диаметром 91 нм непосредственно в колонне электронного микроскопа было продемонстрировано [163], что после предварительного удаления этих дефектов в результате отжига прочность кристаллов резко возрастает и достигает теоретической прочности на сдвиг $\mu/10$ [181]. Другое следствие высокого отжига — это диффузионное устранение неровностей на поверхности кристалла и сглаживание углов на его нагружаемом конце, как потенциальных концентраторов напряжений и источников дислокаций.

При 3D-моделировании процесса пластической деформации наноразмерных кристаллов [53, 55, 174, 175, 182] было обнаружено, что дислокационные источники ФР в них являются преимущественно однополюсными, имеющими одну точку закрепления, расположенную внутри кристалла, и свободный конец — на его поверхности. Их появление вызвано тем, что поверхность кристалла отсекает (truncate [53]) часть дислокационной петли, генерируемой двухполюсным (с двумя точками закрепления) дислокационным источником. Очевидно, что наименее прочным и наиболее эффективным в смысле эмиссии дислокаций будет дислокационный источник с концом, закреплённым вблизи центра кристалла. Но поскольку могут быть источники и вблизи поверхности кристалла с более короткими критическими длинами, то в общем случае для активации однополюсных источников требуется напряжение

$$\tau_{\text{FR}} = \frac{\mu b}{\delta_S D}, \quad (19)$$

где $\delta_S < 1$ — коэффициент, учитывающий удалённость точки закрепления источника от поверхности кристалла.

При исследовании дислокационной структуры в кристаллах Ni [140] обнаружено, что плотность дислокаций при уменьшении поперечного сечения кристалла с 10 до 1 мкм увеличивается на порядок, с 10^{13} до 10^{14} м⁻². Это увеличение имеет место на начальной стадии деформации в пределах 3–10 % и при дальнейшем деформировании, вплоть до степени деформации 50 %, плотность дислокаций остаётся постоянной, как и напряжение течения. Оценка показывает, что при $\rho = 10^{14}$ м⁻², $b = 0,25$ нм, $\mu = 75$ ГПа и $\alpha = 0,5$ напряжение течения согласно соотношению Тейлора равно 94 МПа и не сильно отличается от экспериментального значения $\tau \approx 100$ МПа для кристалла с $D = 1$ мкм [140] (см. рис. 15б и 16). Напряжение срабатывания однополюсного источника ФР в таком кристалле, τ_{FR} , согласно формуле (19) равно (при значении коэффициента $\delta_S = 0,2$) той же величине напряжения, что и напряжение τ согласно соотношению Тейлора.

Не столь однозначная ситуация имеет место при сечениях кристаллов менее 1 мкм. Достижимые в таких кристаллах напряжения течения составляют 1–2 ГПа при $D \approx 100$ нм (см. рис. 15 и 16). Электронно-микроскопические данные [139, 171] и результаты 3D-моделирования [53] показывают, что в кристаллах с $D < 1$ мкм плотность дислокаций в деформированном кристалле

после его разгрузки недостаточна для того, чтобы согласно формуле Тейлора объяснить наблюдаемый уровень напряжений течения. Согласно этой формуле, при толщине кристаллов Ni 165 нм (рис. 15б) напряжению течения $\tau \approx 1000$ МПа должна была бы соответствовать плотность дислокаций $\rho \approx 10^{16} \text{ м}^{-2}$. Это существенно больше наблюдаемой на опыте [139] плотности дислокаций в кристалле после его разгрузки.

При 3D-моделировании деформации кристаллов Ni толщиной 1 мкм [53] было найдено, что процесс пластической деформации в тонком кристалле состоит из периодической эмиссии порций дислокаций из источников и последующего ухода части дислокаций из кристалла через его поверхность. В результате циклического, динамического характера этого процесса в кристалле имеются две различающиеся по величине плотности дислокаций: в процессе генерации дислокаций из источника и после полной или частичной их релаксации из кристалла. Очевидно, что величину напряжения течения будет определять более высокая плотность дислокаций, связанная с их генерацией из источников.

Динамический характер эволюции плотности дислокаций получил подтверждение на опыте при *in situ* наблюдении процесса деформации нанокристаллов Ni толщиной 290 нм [141] и кристаллов Al субмикронных размеров [171] в электронном микроскопе на просвет. Генерируемые источниками дислокации почти полностью покидали кристалл, но динамический процесс их генерации из источников циклически возобновлялся при дальнейшем нагружении, определяя высокий уровень напряжений на стадии генерации дислокаций из источников и при их движении к поверхности кристалла.

Напряжение генерации дислокаций из источника ФР в кристалле Ni при $D = 100$ нм согласно формуле (19) составляет 940 МПа (при $\delta_s = 0,5$), что близко к показанным на рис. 15б напряжениям течения при деформациях, соответствующих началу пластической деформации кристалла ($\varepsilon = 0,2\%$). С другой стороны, из данных рис. 15 видно также, что при величине деформации 15% напряжение течения вдвое больше, чем при $\varepsilon = 0,2\%$. Чем, спрашивается, определяется величина этого напряжения и в целом процесс деформационного упрочнения до выхода напряжений на постоянный уровень в результате достижения баланса между скоростью генерации дислокаций из источников и их уходом из кристалла через его поверхность?

Согласно механизмам дислокационного голодания и истощения источников, это должно быть связано с активацией источников со всё более короткими критическими длинами. Но возникает вопрос: эти источники существовали в исходном кристалле или они возникли в процессе его деформации из-за образования, например, ступенек на поверхности кристалла при выходе на неё винтовых компонент дислокационных петель [183]? Наблюдения деформации кристаллов Al субмикронных размеров в электронном микроскопе показывают [171], что новые однополюсные источники с более короткими активационными длинами образуются в процессе деформации в результате поперечного скольжения винтовых компонент дислокационных петель и возникновения точек закрепления дислокаций при взаимодействии дислокаций разных систем скольжения. Множественное (multiple) скольжение является характерной

особенностью деформации тонких кристаллов из-за нарушения (breakdown) в них закона Шмида [127, 154]. В результате указанных процессов напряжение течения кристалла возрастает.

Если источники образуются в процессе деформации, то соотношению Тейлора можно придать вид $\tau = \alpha \mu b / l$, где $l = \rho^{-1/2}$, ρ — плотность источников. В таком виде напряжение τ можно рассматривать как напряжение срабатывания однополюсных дислокационных источников τ_{FR} (19). Приравняв τ этому напряжению, получаем соотношение для эффективной длины $l = \alpha \delta_s D$ и плотности источников $\rho = l^{-2} \sim D^{-2}$.

Таким образом, напряжения (17) и (18) зависят не только от критического размера дислокационных источников, но и от их количества (плотности) в кристалле. В отсутствие дислокационных источников сдвиговая прочность кристаллов определяется сдвиговой устойчивостью решётки [181] и не зависит от размера кристалла [159, 160]. Но при наличии дефектов, например, ступенек на поверхности кристалла [174] или источников дислокаций, существующих в исходном его состоянии [163] или созданных предварительной его деформацией [160, 163, 184], сдвиговая прочность кристалла снижается и становится зависимой от его размеров, и тем сильнее, чем тоньше кристалл и меньше в нём источников дислокаций.

В количественном отношении результаты 3D-DDD моделирования находятся в согласии с экспериментом и обнаруживают такие тонкие детали, как уже отмеченное образование однополюсных дислокационных источников, влияние поперечного скольжения (cross-slip) дислокаций [182, 185, 186] и поверхностной плёнки [175] на плотность дислокаций в микрокристалле. В то же время, будучи виртуальным аналогом дислокационно-кинетических процессов, развивающихся в реальных микрокристаллах, 3D-моделирование не способно без привлечения теоретических моделей объяснить наблюдаемые на опыте зависимости прочности микро- и нанокристаллов от их поперечного размера в виде соотношений (18) и оценить величину показателей степени $n = 0,6 - 1,0$ и коэффициентов k_y и k_n в этих соотношениях. Для этого требуется более целостный и системный подход к анализу приведённых в разделах 3.1.1 и 3.1.2 экспериментальных данных.

3.1.3. Дислокационно-кинетический анализ размерного фактора. Таким подходом, на наш взгляд, является анализ механизма влияния размерного фактора с позиций дислокационной кинетики. Он уже использовался в разделе 2 для анализа влияния величины зёрен на прочностные и пластические свойства микро- и нанокристаллических материалов. Ранее этот подход был успешно применён [56, 134] также для анализа влияния различных структурных факторов, в том числе и размерного [127], на стадийность и параметры кривых деформационного упрочнения макрокристаллических образцов металлов с ГЦК-решёткой. В [127] анализ размерного фактора в монокристаллах меди [124] ограничивался их поперечными размерами в диапазоне 0,1–1,0 мм. В настоящем разделе этот подход расширен на диапазон размеров 0,1–100 мкм.

В основе дислокационно-кинетического подхода лежит кинетическое уравнение, описывающее скорость изменения плотности дислокаций $d\rho/d\gamma$ с ростом сдви-

говой деформации γ с учётом структурных особенностей кристалла и кинетических процессов, характерных для ансамбля дислокаций в нём, таких как генерация дислокаций из источников, размножение, аннигиляция и иммобилизация дислокаций. Применительно к рассматриваемому в настоящем разделе вопросу это уравнение имеет вид [58]

$$\rho \frac{d\rho}{d\gamma} = \left(\frac{n_V}{b} + \frac{n_S}{bL_{FR}} \right) + (k_m - k_{im} + k_f \rho^{1/2}) \rho - k_a \rho^2. \quad (20)$$

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 (20) описывают генерацию дислокаций соответственно из дислокационных источников в объёме кристалла с плотностью n_V , не зависящей от размера кристалла, и из поверхностных источников с критическими длинами $L_{FR} = \delta_S D$ и плотностью n_S , зависящей от поперечного размера кристалла. Плотность поверхностных и приповерхностных дислокационных источников зависит от технологии получения кристаллов разных поперечных размеров. Она определяет качество поверхности, т.е. число и величину ступенек на поверхности, являющихся концентраторами напряжений и источниками дислокаций. Число N_S приповерхностных однополюсных источников ФР по периметру плоскости скольжения равно $\pi D/m_e L_{FR}$, где $m_e = \sin \varphi$, φ — угол между плоскостью скольжения и осью нагружения кристалла. Источники распределены в приповерхностном слое шириной

$$S = \frac{\pi}{4m_e^2} [D^2 - (D - m_e L_{FR})^2] \approx \frac{\pi}{2m_e} D L_{FR}.$$

В результате для плотности приповерхностных источников получаем соотношение

$$n_S = \frac{N_S}{S} = \frac{2}{L_{FR}^2}.$$

Слагаемые во второй скобке в правой части уравнения (20) описывают процессы размножения дислокаций двойным поперечным скольжением (double cross-slip) на препятствиях недеформационного (например, преципитаты и скопления примесных атомов, где $k_m = 1/b\lambda_m$, λ_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 различного рода ($k_{im} = 1/b\lambda_{im}$, где λ_{im} — расстояние между такого рода препятствиями). Очевидно, что генерация дислокаций из источников и их размножение на различных препятствиях увеличивают плотность дислокаций в кристалле. Иммобилизация же дислокаций и аннигиляция винтовых участков дислокационных петель поперечным скольжением (последнее слагаемое в правой части уравнения (20), $k_a = h_a/b$, где h_a — эффективное расстояние аннигиляции винтовых дислокаций [186]) снижают скорость размножения и, следовательно, плотность дислокаций.

В правой части уравнения (20), кроме плотности приповерхностных дислокационных источников n_S , от поперечного размера кристалла D может зависеть

также коэффициент иммобилизации дислокаций k_{im} , поскольку уход дислокаций из тонкого кристалла через его поверхность приводит к выпадению дислокаций из процесса их размножения. Длина пробега дислокаций через кристалл с учётом ориентации плоскости скольжения определяется выражением $L_e = D/m_e$. В результате для коэффициента k_{im} имеем соотношение $k_{im} = m_e/bD$. Подставляя в уравнение (20) приведённые выше зависимости коэффициентов n_S и k_{im} от D , получаем уравнение

$$\rho \frac{d\rho}{d\gamma} = \frac{\eta_S}{bD^3} - \frac{m_e}{bD} \rho + k_f \rho^{3/2} - k_a \rho^2, \quad (21)$$

где $\eta_S = 2/\delta_S^3$. В правой части уравнения (21) опущены вклады в процесс эволюции плотности дислокаций от дислокационных источников в объёме кристалла, а также от размножения и иммобилизации дислокаций на препятствиях недеформационного происхождения, т.е. предполагается, что кристаллы являются достаточно чистыми.

В случае крупноразмерных кристаллов первые два члена в правой части (21) вносят несущественный вклад в процесс эволюции плотности дислокаций. Опуская их, имеем известное уравнение $d\rho/d\gamma = k_f \rho^{1/2} - k_a \rho$, решая которое, получаем с учётом соотношения Тейлора $\tau = \alpha \mu b \rho^{1/2}$ зависимость напряжения течения τ от деформации γ и коэффициента деформационного упрочнения $\theta = d\tau/d\gamma$ от напряжения τ на второй и третьей стадиях кривых деформационного упрочнения кристаллов с ГЦК-решёткой:

$$\tau = \tau_3 \left[1 - \exp \left(-\frac{\gamma}{\gamma_3} \right) \right], \quad (22a)$$

$$\theta = \theta_{II} \left(1 - \frac{\tau}{\tau_3} \right), \quad (22b)$$

где $\tau_3 = \alpha \mu b \rho_3^{1/2}$, $\rho_3 = (k_f/k_a)^2$ — напряжение течения и плотность дислокаций в конце третьей стадии ДУ, $\theta_{II} = (1/2) \alpha (b k_f) \mu \approx (2-2,5) \times 10^{-3} \mu$ — коэффициент ДУ на второй (линейной) стадии ДУ массивного кристалла [135] и $\gamma_3 = 2/k_a$ — характерная продолжительность третьей стадии.

Рассмотрим с помощью полного уравнения (21), как эволюционирует вид кривых деформационного упрочнения $\tau(\gamma)$ и их параметры при изменении поперечных размеров кристалла в широком диапазоне от 1 мкм до 100 нм. Воспользуемся для этого соотношением $\tau(d\tau/d\gamma) = (1/2)(\alpha \mu b)^2 (d\rho/d\gamma)$, вытекающим из закона Тейлора $\tau = \alpha \mu b \rho^{1/2}$. Оно связывает коэффициент деформационного упрочнения кристалла $\theta = d\tau/d\gamma \sim d\rho/d\gamma$ с дислокационно-кинетическими процессами, развивающимися в деформируемом кристалле (21). Подставляя в уравнение (21) в соответствии с соотношением Тейлора плотность дислокаций $\rho = (\tau/\alpha \mu b)^2$, получаем зависимость коэффициента ДУ от безразмерного напряжения течения $\tau_* = \tau/\tau_3$ [58, 127]:

$$\frac{d\tau}{d\gamma} = \theta(\tau_*) = \theta_{II} \left(\frac{Q_0}{\tau_*^3} - \frac{Q_1}{\tau_*} + 1 - \tau_* \right), \quad (23a)$$

$$Q_0 = \frac{\eta_S}{bD^3 k_f \rho_3^{3/2}}, \quad Q_1 = \frac{m_e}{bD k_f \rho_3^{1/2}}. \quad (23b)$$

Параметры Q_0 и Q_1 , как будет видно далее, определяют возникновение соответственно нулевой и первой стадий

на кривой деформационного упрочнения кристалла. Нулевая стадия, или стадия микродеформации, обусловлена работой дислокационных источников. Первая (квазилинейная) стадия, или стадия лёгкого скольжения, является переходной между нулевой и второй (линейной) стадиями ДУ. Первую стадию определяет третий член в круглой скобке (23а), а последний, четвёртый член контролирует третью (квазипараболическую) стадию упрочнения, стадию динамического отдыха. Коэффициент ДУ на этих двух последних стадиях соответствует эмпирическому соотношению Воге (Voce) (22б).

Параметрам (23б) можно придать более компактный и физически внятный вид [58]

$$Q_0 = \left(\frac{D_S}{D}\right)^3, \quad Q_1 = \omega \left(\frac{D_S}{D}\right), \quad (23в)$$

где

$$D_S = \left(\frac{\eta_S}{bk_f}\right)^{1/3} \rho_3^{-1/2}, \quad \omega = \frac{m_e}{(bk_f)^{2/3} \eta_S^{1/3}}.$$

Комбинация параметров D_S определяет характерный размер поперечного сечения кристалла, когда напряжение течения становится чувствительным к размерному фактору, а комбинация параметров ω определяет соотношение (конкуренцию) процессов генерации дислокаций из поверхностных источников ($\eta_S = 2/\delta_S^3$), размножения дислокаций на дислокациях леса ($bk_f = \delta_f \approx 10^{-2}$) и ухода дислокаций из кристалла через его поверхность ($m_e = \sin \varphi$). При $\varphi = 0$ дислокации не могут выйти из кристалла, при $\varphi = \pi/2$ длина их пробега до поверхности равна поперечному размеру кристалла D .

Интегрируя уравнение (23а), получаем с учётом того, что $\tau_3/\theta_2 = \gamma_3 = 2/k_a$, зависимость приведённого напряжения течения τ_* от величины приведённой сдвиговой деформации γ/γ_3 в неявной форме:

$$\int_0^{\tau_*} \frac{d\tau_*}{Q_0 \tau_*^{-3} - Q_1 \tau_*^{-1} + 1 - \tau_*} = \frac{\gamma}{\gamma_3}. \quad (24)$$

Уравнения (23) и (24) будут использованы ниже для количественного анализа влияния поперечных размеров кристалла на вид и параметры кривой его деформационного упрочнения.

Рассмотрим вначале, как влияет размер кристалла D на вид зависимости безразмерного коэффициента ДУ θ/θ_{II} от напряжения $\tau_* = \tau/\tau_3$ согласно соотношениям (23). На рисунке 17а приведены соответствующие зависимости (кривые 1–5), а в табл. 1 — относительные размеры кристаллов D/D_S и значения параметра ω , которые использовались для построения этих зависимостей. Видно, что в относительно крупноразмерном кри-

Таблица 1. Относительные размеры кристаллов D/D_S и значения параметров ω и G , использованные при построении кривых 1–5 на рис. 17а и 18

Номер кривой	D/D_S	ω	G
1	10^3	1,5	$5,3 \times 10^{-3}$
2	10	1,5	0,53
3	1	1,5	5,3
4	0,4	2,0	7,5
5	0,2	2,0	15,0

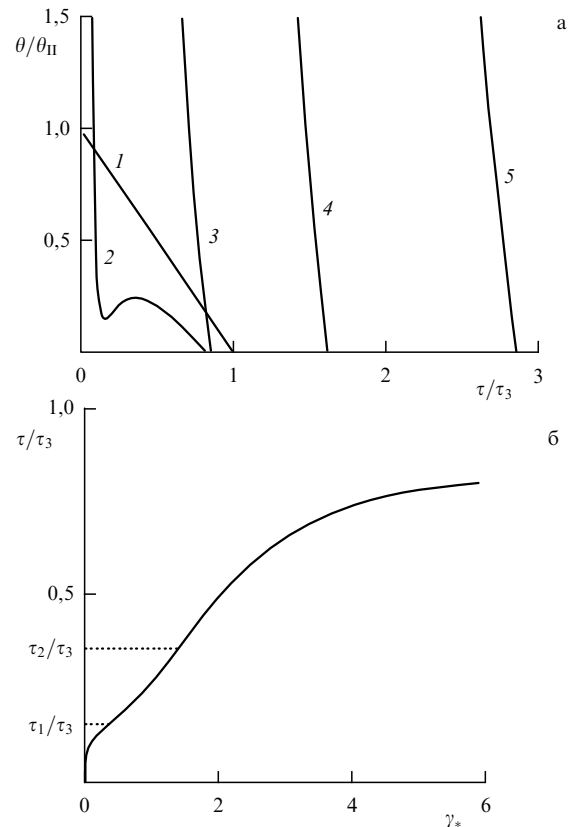


Рис. 17. Зависимость безразмерного коэффициента ДУ θ/θ_{II} от приведённого напряжения течения $\tau_* = \tau/\tau_3$ согласно соотношениям (23) при различных относительных поперечных размерах кристаллов D/D_S (см. табл. 1) (а) и кривая деформационного упрочнения кристалла в координатах $\tau/\tau_3 - \gamma_*$ согласно уравнению (24) и соотношениям (23) (б).

сталле, $D \gg D_S$ (кривая 1), коэффициент ДУ изменяется с напряжением в соответствии с уравнением Воге (22б). При существенно меньшем поперечном сечении кристалла (кривая 2) на зависимости θ от τ возникает нулевая стадия (стадия микродеформации) с коэффициентом ДУ, существенно превосходящим коэффициент θ_{II} на второй стадии деформационного упрочнения массивного кристалла. Другая особенность кривой 2 — это появление на ней минимума и максимума, связанных с первой (квазилинейной) и второй (линейной) стадиями ДУ. Анализ показывает, что экстремумы возникают при напряжениях τ_1 и τ_2 соответственно, при этом

$$\frac{\tau_{1,2}}{\tau_3} = \left(\frac{\omega}{2D_*}\right)^{1/2} \left[1 \mp \sqrt{1 - G(D_*)}\right]^{1/2}, \quad (25а)$$

$$G(D_*) = \frac{12}{\omega^2 D_*}, \quad D_* = \frac{D}{D_S}. \quad (25б)$$

На рисунке 17б приведена кривая деформационного упрочнения кристалла в координатах $\tau/\tau_3 - \gamma_*$, где $\gamma_* = \gamma/\gamma_3 + \gamma_{el}/\gamma_3$, $\gamma_{el}/\gamma_3 = (\tau/\tau_3)/K_*$ — приведённая упругая деформация, $K_* = 8$, $K_* = (K/\tau_3)\gamma_3 = K/\theta_{II}$, K — модуль жёсткости системы образец–нагружающее устройство. Кривая получена интегрированием уравнения (24) при коэффициенте ДУ, соответствующем кривой 2 на рис. 17а. Пунктиром показаны напряжения τ_1 и τ_2 . Напряжение τ_1 соответствует точке перегиба на первой стадии ДУ, а напряжение τ_2 определяет макси-

мальное значение коэффициента деформационного упрочнения на второй стадии, после чего коэффициент начинает снижаться на третьей стадии, стадии динамического отдыха (dynamic recovery stage).

Таким образом, в результате утончения кристалла двухстадийная кривая ДУ массивного кристалла превращается в пятистадийную (рис. 17б). Подставляя напряжения $\tau_1(D_*)$ и $\tau_2(D_*)$ в уравнение (23а), получаем зависимости коэффициентов ДУ на первой и второй стадиях от размера кристалла $D_* = D/D_S$:

$$\theta_1(D_*) = \theta_{II} \left(\frac{1}{D_*^3 \tau_{*1}^3} - \frac{\omega}{D_* \tau_{*1}} + 1 - \tau_{*1} \right), \quad (26a)$$

$$\theta_2(D_*) = \theta_{II} \left(\frac{1}{D_*^3 \tau_{*2}^3} - \frac{\omega}{D_* \tau_{*2}} + 1 - \tau_{*2} \right), \quad (26b)$$

где для краткости введены обозначения $\tau_{*1} = \tau_1(D_*)/\tau_3$ и $\tau_{*2} = \tau_2(D_*)/\tau_3$. В качестве иллюстрации соответствия соотношений (26) эксперименту на рис. 12 кривые 1 и 2 демонстрируют эти зависимости при значениях параметров $\theta_{II} = 200$ МПа, $\omega = 1,75$ и $D_S = 2,5$ мкм.

Из соотношений (25) и табл. 1 видно, что при уменьшении размера кристалла наступает момент, когда параметр G оказывается больше единицы. При критическом значении $G = 1$, соответствующем размеру кристалла D_c , напряжения τ_1 и τ_2 и коэффициенты θ_1 и θ_2 оказываются равными друг другу. При этом согласно (25) и (26)

$$D_c = \frac{12}{\omega^2} D_S, \quad \tau_1 = \tau_2 = \left(\frac{\omega^3}{24} \right)^{1/2} \tau_3, \quad (27)$$

$$\theta_1 = \theta_2 = \theta_{II} \left[1 - \left(\frac{2}{3} \omega \right)^{3/2} \right].$$

В рассмотренном выше случае кристаллов меди критический размер $D_c \approx 4D_S$ равен 10 мкм, что находится в хорошем согласии с приведёнными на рис. 12 данными.

При размерах кристаллов $D < D_c$ характер зависимостей коэффициента ДУ от напряжения τ (рис. 17а) и вид кривых деформационного упрочнения $\tau(\gamma)$ (рис. 18), полученных интегрированием (24), существенно изменяются. Указанные зависимости (кривые 3–5) содержат

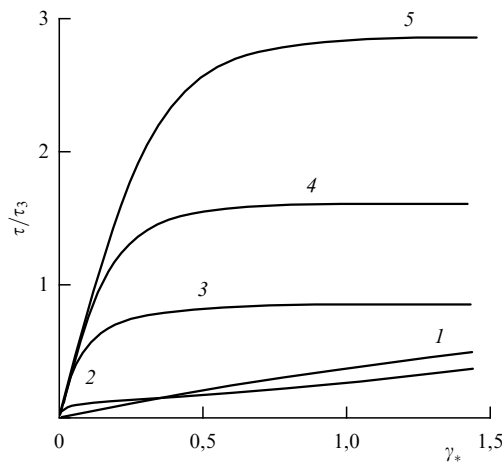


Рис. 18. Кривые деформационного упрочнения кристаллов в координатах $\tau/\tau_3 - \gamma_*$ согласно уравнению (24) и соотношениям (23) при указанных в табл. 1 относительных размерах D/D_S и значениях параметра ω .

только стадию микродеформации (нулевую стадию), которая заканчивается достижением равновесия между скоростью генерации дислокаций из источников и их уходом из кристалла. Пренебрегая двумя последними слагаемыми в правой части уравнения (21), получаем в этом случае уравнение

$$\rho \frac{d\rho}{d\gamma} = \frac{\eta_S}{bD^3} - \left(\frac{m_e}{bD} \right) \rho. \quad (28)$$

Из (28) видно, что динамическое равновесие между эмиссией дислокаций из источников и их уходом через поверхность кристалла достигается при плотности дислокаций $\rho_D = \eta_S/m_e D^2$. При снятии нагрузки эта плотность согласно уравнению $d\rho/dt = -(m_e u/D) \rho$ релаксирует из кристалла под действием сил изображения по экспоненциальному закону $\rho(t) = \rho_D \exp(-t/t_D)$, где t — время, u — скорость дислокаций, $t_D = D/m_e u$ — характерное время релаксации; оно тем меньше, чем тоньше кристалл.

В случае кристаллов с размерами $D \ll D_c$, опуская в знаменателе подынтегрального выражения последние два члена в уравнении (24), получаем в неявном виде зависимость приведённого напряжения течения $\tau_* = \tau/\tau_3$ от деформации γ и безразмерной толщины кристалла $D_* = D/D_S$:

$$\ln \frac{1}{1 - \omega D_*^2 \tau_*^2} - \omega D_*^2 \tau_*^2 = \frac{\gamma}{\gamma_D}, \quad (29)$$

где $\gamma_D = \gamma_3/2\omega^2 D_*$. Согласно уравнению (29), на начальной стадии деформации, когда доминирует генерация дислокаций из источников и выполняется условие $\omega D_*^2 \tau_*^2 \ll 1$, зависимость напряжения τ_* от γ имеет вид $\tau_* \approx (4\gamma/\gamma_3 D_*^3)^{1/4} \sim D^{-3/4}$. С другой стороны, при напряжениях $\omega D_*^2 \tau_*^2 \approx 1$ из (29) имеем следующую зависимость $\tau_*(\gamma)$:

$$\tau_* = \left(\frac{1}{\omega D_*^2} \right)^{1/2} \left[1 - A \exp \left(-\frac{\gamma}{\gamma_D} \right) \right]^{1/2}, \quad A = e^{-1}. \quad (30)$$

Из выражения (30) следует, что при $\gamma \gg \gamma_D$ напряжение течения стремится к равновесному значению напряжения $\tau_{II} = (1/\omega D_*^2)^{1/2} \tau_3 \sim 1/D$, зависящему от поперечного размера кристалла. Параметр $\gamma_D \sim 1/D$ определяет характерную величину деформации для достижения динамического равновесия между эмиссией дислокаций из источников и уходом их из кристалла. Необходимо заметить, что чем меньше относительный размер кристалла, $D \ll D_S$, тем ближе в количественном отношении соотношения (29) и (30) друг к другу и к результату интегрирования полного уравнения (24).

Таким образом, в размерных единицах имеем следующие (согласно (29) и (30)) зависимости предела текучести τ_y (при $\varepsilon_y = m_{Sm} \gamma_y \approx 0,2\%$), деформации γ_D и равновесного напряжения течения τ_{II} от поперечного размера кристалла D :

$$\tau_y = k_y \left(\frac{b}{D} \right)^{3/4} \mu, \quad k_y = \alpha (2m_{Sm} \varepsilon_y \eta_S)^{1/4}, \quad (31a)$$

$$\gamma_D = k_D \left(\frac{b}{D} \right), \quad k_D = \frac{\eta_S}{m_e^2}, \quad (31b)$$

$$\tau_{II} = k_{II} \left(\frac{b}{D} \right) \mu, \quad k_{II} = \alpha \left(\frac{\eta_S}{m_e} \right)^{1/2}. \quad (31b)$$

Из формулы (31б) следует, что чем меньше размер кристалла, тем больше величина деформации γ_D , необ-

Таблица 2. Экспериментальные значения коэффициентов k_y и k_n и показателя степени n в микро- и нанокристаллах различных металлов и кристалле LiF

Кристалл	D , мкм	n	k_y	k_n	b , нм	μ , ГПа	Литература
Au	0,1–10	0,6	0,44	—	0,28	27,8	[143]
Au	0,2–10	1,06	—	12,5	—	—	[142, 148]
Ni	1,0–20	0,67	0,57	—	0,25	75,0	[138, 139]
Ni	0,2–20	1,0	—	13,3	—	—	[139]
Ag	0,1–1,0	1,0	—	11,0	0,25	25,5	[157]
Cu	5,0–20	1,0	—	13,0	0,26	48,0	[124]
LiF	1,0–20	0,74	3,6	—	0,28	65,8	[169]

ходимая для достижения равновесия между эмиссией дислокаций из источников и уходом их из кристалла. Это обстоятельство подтверждается экспериментом (рис. 15а, кривые 4–6) [4, 139].

В согласии с соотношением (31б) при деформациях 10–15 % зависимость напряжения течения от размера кристалла вида $\tau_n \sim D^{-1}$ зафиксирована в кристаллах Ni (рис. 15б, кривая 2), Au [142] и Ag [157] (табл. 2). Из приведённых в табл. 2 данных видно, что коэффициент k_n для различных металлов изменяется в узком диапазоне значений $k_n \approx 11–13$, поэтому соотношение (31б) в металлах с ГЦК-решёткой имеет универсальный характер, в среднем $k_n \approx 12$, $n = 1$.

На начальной (нулевой) стадии деформации зависимости вида $\tau_y \sim D^{-n}$, где $n = 0,6–0,7$, обнаружены во многих работах. В таблице 2 в качестве примера приведены соответствующие данные для кристаллов Au [143], Ni [138, 139] и LiF [169]. В работе [145] авторы предлагают для этого вида эмпирических зависимостей в случае металлов с ГЦК-решёткой соотношение универсального типа, $\tau_y = k_y(b/D)^n \mu$, где $n = 0,67$, $k_y = 0,7$. Показатель степени n в нём на 10 % меньше, чем в соотношении (31а).

Представляет интерес количественная оценка (согласно приведённым в табл. 2 данным) параметра $\eta_S = 2/\delta_S^3$ и, следовательно, масштабного фактора δ_S , критической длины $L_{FR} = \delta_S D$ и напряжения активации источника ФР, $\tau_{FR} = \mu b/L_{FR}$ (19). Для "универсального" значения $k_n = 12$, $\alpha = 0,5$ и $m_e = \sin \varphi = 1/\sqrt{2}$ находим согласно соотношению (31б) $\eta_S = 407$, $\delta_S = 0,17$, $\tau_{FR} \approx 6(\mu b/D)$. Это напряжение вдвое меньше, чем напряжение течения (31б), но в шесть раз больше, чем минимально возможное напряжение активации источника ФР в нанокристалле $\mu b/D$. Далее, подставляя приведённые выше значения η_S и $\alpha = 0,5$ в соотношение (31а), получаем при $m_{Sm} = 0,5$ и универсальном значении коэффициента $k_y = 0,7$ [145] оценку величины деформации $\varepsilon_y \approx 1\%$, при которой обычно определяются напряжения начала пластической деформации микро- и нанокристаллов.

Таким образом, в рамках дислокационно-кинетического подхода с учётом сделанных допущений находят объяснение и количественную проверку обсуждаемые в литературе механизмы дислокационного голодания и истощения деформационного упрочнения как характерные особенности пластической деформации микро- и наноразмерных кристаллов.

Что касается пластической деформации бездефектных кристаллов [13, 14, 124, 163, 187, 188], развиваю-

щейся по катастрофическому сценарию (см. рис. 14), то на порядок более высокие значения коэффициентов $k_y \approx 100–300$ в соотношениях (17) связаны с низкой плотностью в бездефектных кристаллах поверхностных дислокационных источников и обусловленной этим обстоятельством их сильной чувствительностью к размерному фактору. Отсутствие в них источников дислокаций объясняется высоким совершенством поверхности кристаллов, связанным с технологией их получения из газовой фазы (усы), или результатом высокого отжига (Мо [159, 160]). Катастрофический характер развития пластической деформации в таких кристаллах связан с бурным процессом генерации дислокаций и формированием фронта Людерса [187, 188]. Рост плотности поверхностных и объёмных источников дислокаций в результате предварительной деформации нанокристаллов сопровождается снижением их прочности и потерей ими чувствительности к размерному фактору [159].

В заключение данного раздела заметим, что вне количественного анализа в рамках дислокационно-кинетического подхода остались только что упомянутый катастрофический характер деформации бездефектных нано- и микрокристаллов, а также прочность при сжатии и растяжении наноразмерных образцов НК-металлов с соотношением между размером образцов и размером зёрен $D/d < 30$, когда при утончении нанокристаллического образца наблюдается не рост его прочности, а наоборот, её снижение [188]. К не рассмотренным в рамках этого подхода вопросам следует отнести также сильную чувствительность растягиваемых микро- и наноразмерных кристаллов к локализации деформации в виде шейки [137, 189].

3.2. Градиент пластической деформации и геометрически необходимые дислокации

Как уже было сказано во введении, в условиях неоднородной на микронном уровне деформации кручения [20], изгиба [21, 22] и микро- и наноиндентирования [23–25] наблюдается повышенное сопротивление образцов с поперечными размерами 1–10 мкм пластической деформации по сравнению с её однородным распределением в одноосно растягиваемом или сжимаемом образце того же поперечного сечения. Наблюдаемый размерный эффект дополнительного упрочнения связывают с генерацией в процессе неоднородной деформации геометрически необходимых дислокаций с плотностью $\rho_{gn} = b^{-1}(d\gamma/dx)$ из-за наличия в сечении образцов градиента пластической деформации (ГПД) $d\gamma/dx$.

Согласно гипотезе Эшби [190] и формуле Тейлора, имеем в этом случае следующее выражение для напряжения течения: $\tau = \alpha \mu b \sqrt{\rho_S + \rho_{gn}}$, где ρ_S — плотность статистически случайных (СС) дислокаций в условиях однородной деформации.

3.2.1. Градиент пластической деформации. В настоящее время при теоретическом анализе указанного размерного фактора преобладает феноменологический подход на основе классической теории пластичности с учётом ГПД [20–23]. Согласно этому подходу, приведённое выше соотношение Тейлора–Эшби можно представить в виде $\tau = \tau_S \sqrt{1 + l_S \chi}$, где $\chi = d\gamma/dx$ — градиент деформации, l_S — некоторая характерная длина, зависящая от структурных факторов и степени пластической деформации γ , а $\tau_S = \alpha \mu b \rho_S^{1/2}$ — напряжение течения в отсутствие градиента деформации. На начальной стадии деформации, на пределе текучести $\tau_S = \tau_0$, $l_S = l_0 = (\alpha \mu / \tau_0)^2 b$, в результате получаем соотношение $\tau / \tau_0 = \sqrt{1 + l_0 \chi}$. Оно было использовано в [23] для анализа зависимости микротвёрдости H монокристаллов Cu и Ag от глубины отпечатка в диапазоне глубин $h = 0,15 - 2$ мкм. С учётом того, что $H \approx 3\sigma$, где $\sigma = \tau / m_{Sm}$ — напряжение сжатия, а $\chi = \delta / h$, где δ — коэффициент, зависящий от геометрии наконечника индентора [23], для микротвёрдости имеем соотношение

$$\frac{H}{H_0} = \sqrt{1 + \frac{h_*}{h}}, \quad h_* = \delta l_0. \quad (32)$$

Сравнение выражения (32) с экспериментальными данными показало хорошее соответствие при характерных значениях параметров $h_* = 0,5 - 1,5$ мкм и $H_0 = 0,3 - 0,8$ ГПа [23]. Как отмечено в недавнем обзоре механистических моделей влияния ГПД на напряжение течения деформируемых изгибом образцов [22], это соответствие концептуально не вполне согласуется с предположением Эшби $\tau \sim \sqrt{\rho_S + \rho_{gn}}$. На это обстоятельство с позиций дислокационного механизма пластической деформации было обращено внимание также в [191].

Недавние эксперименты по пластическому изгибу тонких монокристаллических образцов меди [192] и нанокристаллических образцов никеля [193] в более широком диапазоне поперечных размеров и деформаций, чем в [20, 21], позволили заключить, что ситуация с влиянием градиента пластической деформации на прочность более сложная и неоднозначная, чем представлялось ранее.

Так, оценки плотности ГН-дислокаций при консольном изгибе монокристаллов Cu толщиной $D = 1 - 7,5$ мкм показали [192], что их вклад в размерный эффект не превышает 10 % при толщине кристалла 1 мкм, а всё остальное увеличение прочности (рис. 19а) связано с какими-то другими причинами. На рисунке 19б приведены результаты обработки данных рис. 19а в координатах $\sigma - 1/D$, где σ — среднее растягивающее (сжимающее) напряжение по сечению кристалла, рассчитанное по величине изгибающего момента, соответствующего развитому пластическому течению образца. Из рисунка 19б видно, что напряжение течения подчиняется соотношениям типа (18) и (31), $\sigma = \sigma_0 + k'_\Pi (\mu b / D)$, где $\sigma_0 = 120$ МПа, $k'_\Pi \approx 70$. Коэффициент k'_Π для растягивающего напряжения σ связан с коэффициентом k_Π для напряжения сдвига τ соотношением $k'_\Pi = (2/m_{Sm}) k_\Pi$, где коэффициент 2 учитывает, что растяжению (сжатию)

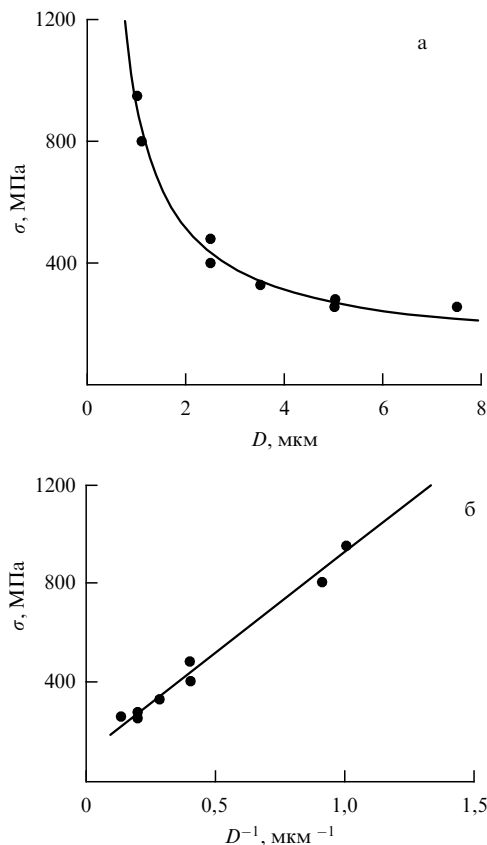


Рис. 19. Зависимость напряжения течения σ при консольном изгибе монокристаллических образцов меди [192] от толщины образцов D (а) и обратной её величины D^{-1} (б).

подвергается половина толщины кристалла. При факторе Шмида $m_{Sm} = 0,3 - 0,4$ получаем оценку коэффициента $k_\Pi \approx 11 - 14$ для меди, близкую по величине к приведённым в табл. 2 значениям этого коэффициента для различных металлов с ГЦК-решёткой в условиях номинального отсутствия ГПД. Это означает, что в рассматриваемом опыте доминирующим фактором, определяющим размерный эффект, является не градиент пластической деформации, а толщина кристалла сама по себе, а также наличие в нём источников дислокаций, как это имеет место при однородном распределении напряжений по сечению тонкого кристалла (см. раздел 3.1).

Необычный результат был получен при пластическом изгибе микрокристаллических образцов Ni при широком варьировании размера зёрен $d = 7 - 300$ мкм и толщин образцов $D = 10 - 125$ мкм [193]. Оказалось, что напряжения течения, связанные с изгибом образца, независимо от степени пластической деформации определяются эффективным размером $l_{eff} = (1/d + 1/D)^{-1}$. Кривые 1 и 2 на рис. 20 демонстрируют эти результаты при двух степенях деформации изгиба, $\varepsilon = 0,1\%$ и 6% . Считая, что деформация $0,1\%$ соответствует пределу текучести образца σ_y , а деформация 6% — развитой пластической деформации, данные рис. 20 могут быть представлены в виде соотношений (18) и (31):

$$\sigma_y = k'_y \left(\frac{b}{l_{eff}} \right)^{0,6} \mu, \quad \sigma_\Pi = k'_\Pi \left(\frac{b}{l_{eff}} \right) \mu, \quad (33)$$

где коэффициенты k'_y и k'_Π равны соответственно 0,17 и 64,5. Интересно отметить, что значение коэффициента k'_Π для микрокристаллического Ni близко по величине к

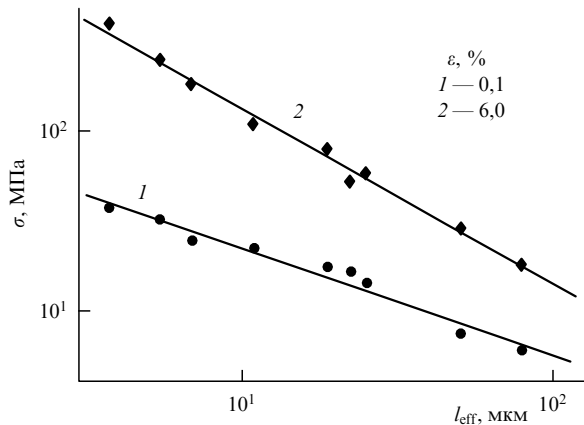


Рис. 20. Зависимость напряжений течения при изгибе микрокристаллических образцов никеля [193] от эффективного размера $l_{\text{eff}} = (d^{-1} + D^{-1})^{-1}$ при двух степенях деформации ε .

коэффициенту $k'_n = 70$ для монокристаллической меди, рассмотренной выше. Учитывая "композиционный" характер эффективного размера l_{eff} , связь между коэффициентом k_n для напряжения сдвига τ_n и коэффициентом k'_n для растягивающего (сжимающего) напряжения σ_n в (33) запишем в виде комбинации коэффициентов Шмида и Тейлора, $k'_n = [(2/m_{\text{Sm}} + m_{\text{T}})/2] k_n$. При $m_{\text{Sm}} \approx 0,3-0,5$ и $m_{\text{T}} = 3,05$ получаем оценку $k_n \approx 10-14$. Она практически совпадает с приведённым в табл. 2 значением этого коэффициента для микроразмерных образцов монокристаллического никеля, деформируемых в условиях одноосного сжатия. Это обстоятельство может служить, как и в случае изгиба монокристаллов меди, аргументом в пользу того, что фактором, определяющим размерный эффект, является в данном, как и в предыдущем, случае не градиент пластической деформации, а толщина кристалла сама по себе.

Что касается первого соотношения (33), то величина показателя степени 0,6 характерна также и для напряжений течения микро- и наноразмерных кристаллов при степенях одноосной деформации сжатия, не превышающих 1–3 % (см. раздел 3.1.1, рис. 16). С другой стороны, она близка также к показателю степени 0,5 в соотношении Холла–Петча $\sigma = K_{\text{HP}} d^{-1/2}$ для поликристаллов, какими являются образцы микрокристаллического Ni при размерах зёрен $d \leq D$. В [193] приведены также результаты, свидетельствующие о том, что на начальной стадии деформации (на пределе текучести) напряжения течения Ni могут быть представлены в виде аддитивного вклада двух размерных факторов:

$$\sigma_y = K_{\text{HP}} d^{-1/2} + K_y \left(\frac{b}{D} \right) \mu, \quad (34)$$

где $K_{\text{HP}} = 0,33 \text{ МПа м}^{1/2}$, независимо от толщины образца D , а $K_y = 23$. Имеющиеся экспериментальные данные не позволяют сделать выбор между соотношениями (33) и (34). Следует заметить также, что если имеется корреляция между размерами зёрен и поперечными размерами кристаллов, $d \sim D^q$ (где $q > 0$), связанная с технологией их получения, как это имело место при изгибе образцов микрокристаллической меди [194], то одновременно с соотношением ХП $\sigma_y = K_{\text{HP}} d^{-1/2}$ с коэффициентом $K_{\text{HP}} = 0,2 \text{ МПа м}^{1/2}$ появляется зависимость $\sigma_y = K_y (b/D) \mu$ с коэффициентом $K_y \approx 5$, обусловленная этой корреляцией.

Неоднозначность, связанная с происхождением размерного эффекта в условиях номинального наличия ГПД, и вклад в него собственно геометрически необходимых дислокаций подробно обсуждались в [191, 195, 196]. Авторы пришли к выводу, что вклад ГН-дислокаций в размерный эффект может быть выявлен лишь в случае, если в формуле Тейлора–Эшби $\tau \sim \sqrt{\rho_S + \rho_{\text{gn}}}$ плотность ГН-дислокаций, ρ_{gn} , существенно превышает плотность статистически случайных дислокаций, ρ_S . В противном случае из-за взаимной зависимости этих плотностей выделить отдельный вклад каждой из них в размерный эффект не представляется возможным. Именно такая ситуация имела место в экспериментах [192] и [193].

3.2.2. Геометрически необходимые дислокации. Не вызывают, однако, сомнения и наблюдаются в эксперименте ситуации, когда плотность ГН-дислокаций превышает плотность СС-дислокаций. Например, когда в объёмном моно- или поликристалле в результате локального изгиба возникают полосы сброса (kink bands) в виде двух стенок из ГН-дислокаций противоположного знака (рис. 21), разориентирующих кристалл между стенками на угол ω от $1^\circ-2^\circ$ до $30^\circ-60^\circ$ с расстоянием между стенками L от 1 мкм до 1 мм [197–200]. Другим примером может служить явление так называемой динамической полигонизации, наблюдаемой при изгибе массивного кристалла, в результате чего в нём формируется регулярная структура нормальных к плоскостям скольжения стенок из ГН-дислокаций одного знака, пластически адаптирующих изгиб кристалла [198, 201–203].

С дислокационно-кинетических позиций механизм образования полос сброса рассматривался в [200]. Решение кинетического уравнения для плотностей дислокаций разных знаков, соответственно ρ^+ и ρ^- , приводит к следующей их зависимости от координаты x вдоль плоскости скольжения дислокаций, деформации сдвига γ и времени t :

$$\rho^\pm(x, \gamma, t) = \rho_m^\pm \frac{1 - \exp(-k_a \gamma)}{\cosh^2((x \pm Ut)/L_\pm)}, \quad (35a)$$

$$\rho_m^\pm = \frac{3(k_m - k_{\text{im}})_\pm}{2k_a}, \quad L_\pm = 2 \left[\frac{(\xi_x - 1) \lambda_x}{b(k_m - k_{\text{im}})_\pm} \right]^{1/2}. \quad (35b)$$

Здесь $k_m = 1/b\lambda_m$ и $k_{\text{im}} = 1/b\lambda_{\text{im}}$ — коэффициенты размножения и иммобилизации дислокаций на препятствиях недеформационного происхождения ($k_m > k_{\text{im}}$), λ_m и λ_{im} — соответствующие длины пробега дислокаций [56, 109], k_a — коэффициент аннигиляции винтовых участков дислокационных петель [56, 204], λ_x — характерное расстояние диффузии дислокаций вдоль оси x , $\xi_x > 1$ — параметр возникновения неустойчивости Тьюринга и кластеринга дислокаций в дислокационном ансамбле [56, 109], U — скорость перемещения дислокационных стенок.

В [205] авторы отмечают, что зародыш полосы сброса возникает в результате пространственного разделения (поляризации) двух дислокационных стенок разного знака. На рисунке 21а приведено (согласно уравнению (35a)) распределение плотностей дислокаций ρ^+ и ρ^- в начальный момент времени $t = 0$, при $\gamma \gg 1/k_a$ и соотношении плотностей $\rho_m^+/\rho_m^- = 1,4$ и ширины стенок $L_+/L_- = (\rho_m^-/\rho_m^+)^{1/2} \approx 0,85$. Рисунок 21б демонстрирует результат перемещения стенок в виде двух солито-

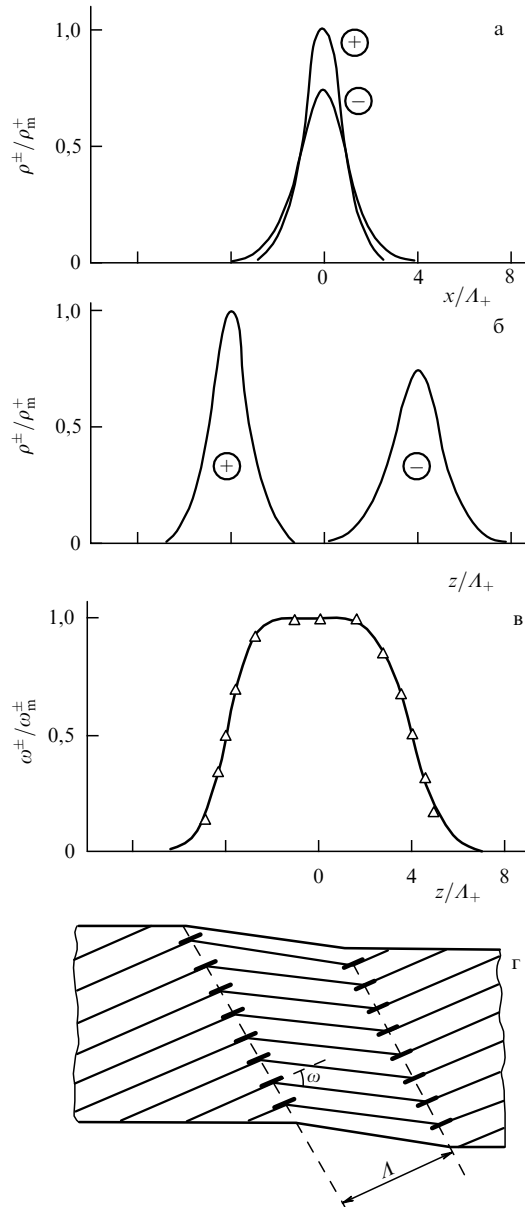


Рис. 21. Дислокационно-кинетический механизм образования полосы сброса согласно уравнениям (35) и (36) (а–в) и схема полосы (г). Экспериментальные точки — распределение углов поворота в полосе сброса в кристалле Al [199].

нов, движущихся в противоположном по отношению друг к другу направлении с образованием полосы переориентации решётки между ними, где $z = x - Ut$. Движение (дрейф) малоугловой границы наклона вдоль кристалла Zn при его консольном изгибе под действием подвешенного на свободном конце постоянного груза наблюдали в [206].

На рисунке 21в приведены результаты расчёта углов разориентации ω^\pm стенок

$$\begin{aligned} \omega^\pm(x, \gamma, t) &= b \int_{-\infty}^x \rho^\pm(x, \gamma, t) dx = \\ &= \omega_m^\pm [1 - \exp(-k_a \gamma)] \left[1 \pm \tanh\left(\frac{x \pm Ut}{L_\pm}\right) \right], \end{aligned} \quad (36)$$

где $\omega_m^\pm = b\rho_m^\pm L_\pm$, $2Ut = L$ — ширина полосы (см. схему на рис. 21г). Экспериментальные точки на рис. 21в демонстрируют результаты [199] измерения углов пово-

рота в полосе сброса в кристалле Al при ширине стенок $L_+ = 11$ мкм и $L_- = 15$ мкм. Эти данные показывают, что, в отличие от традиционной схемы полосы сброса (рис. 21г), реальные стенки полос имеют значительную ширину, сопоставимую с пробегом дислокаций λ_m и λ_{im} , и сложную структуру с углом поворота решётки ω , зависящим как от координаты, так и от деформации γ . В качестве иллюстрации на рис. 22 приведена зависимость угла поворота в полосе сброса в кристалле Zn [205] от величины деформации растяжения $\varepsilon = m_{sm}\gamma$. Кривая на этом рисунке демонстрирует согласно (36) рост максимального угла поворота в полосе $\omega_{max}(\varepsilon) = \omega_m [1 - \exp(-m_{sm}k_a\varepsilon)]$ в результате роста в её стенках плотности ГН-дислокаций.

Полосы сброса и геометрически необходимые дислокации возникают в местах концентрации дислокаций и затруднённости деформации скольжения. Такая ситуация имеет место, как отмечено в [191, 196], в границах дислокационных ячеек при образовании ячеистой дислокационной структуры. В результате при больших пластических деформациях в металле формируется блочная дислокационная структура, фрагментирующая его на кристаллические фрагменты (блоки) размером 100–400 нм с углами разориентации кристаллической решётки от 1° до 45° [7–9]. Эта фрагментация при равнонаправленном угловом прессовании [7, 207], прокатке [196, 208] и кручении под давлением [9] лежит в основе современных методов получения нанокристаллических металлов и сплавов.

С дислокационно-кинетических позиций механизм образования блочной дислокационной структуры и фрагментации металлических материалов рассматривался в [209–212]. Как известно, при умеренных степенях деформации в материале формируется вначале слабо разориентирующая его (на $1^\circ - 2^\circ$) ячеистая дислокационная структура [213–216]. Согласно [56, 217, 218], распределение плотности СС-дислокаций ρ_s в ней описывается уравнением

$$\rho_s(x, \varepsilon) = \frac{\rho_{max}(\varepsilon)}{[1 + (f(\varepsilon) - 1) \sin^2(\pi x/L)]^2}, \quad (37)$$

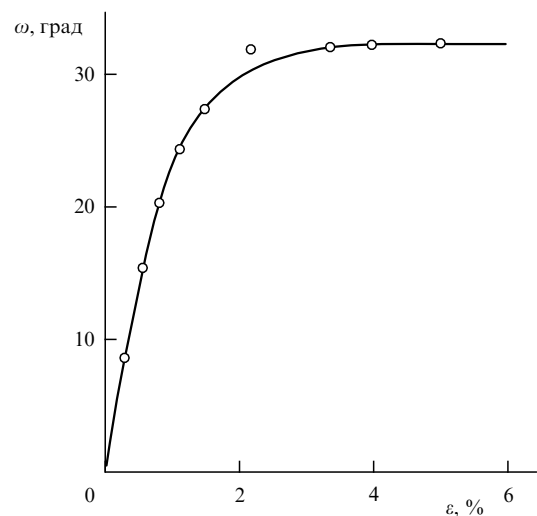


Рис. 22. Зависимость угла поворота решётки в полосе сброса в кристалле Zn от величины деформации [205]. Кривая — согласно уравнению (36) при $x \pm Ut = 0$, $\omega_m = 33^\circ$, $m_{sm}k_a = 150$.

где $\rho_{\max}(\varepsilon) = \rho_m v^2(\varepsilon)$ — плотность дислокаций в центре границ дислокационных ячеек (рис. 23а), $f(\varepsilon) = (\rho_m/\rho_c)^{1/2} v(\varepsilon)$, $v(\varepsilon) = 1 - \exp(-(1/2)m_T k_a \varepsilon)$, ρ_m — максимальная плотность дислокаций в стенках ячеек, ρ_c — минимальная их плотность в объёме ячеек, зависящие от коэффициентов соответственно размножения дислокаций на дислокациях леса и их иммобилизации на препятствиях недеформационной природы (примеси, преципитаты и т.д.), k_a — коэффициент аннигиляции дислокаций, A — размер ячеек. На рисунке 23а показано распределение плотности дислокаций лишь в направлении x в ячеистой структуре, которая имеет в общем случае трёхмерный характер [212], так как в случае кристаллов с ГЦК-решёткой стенки ячеек располагаются вдоль характерных плоскостей скольжения дислокаций типа (111). Кривые 1 и 2 на этом рисунке демонстрируют плотности дислокаций при двух степенях деформации, $\varepsilon = 10\%$ и 50% , при $k_a = 5$, $\rho_m/\rho_c = 1,6 \times 10^3$, $m_T = 3,05$.

Ширина стенок дислокационных ячеек ΔA равна примерно 1/4 размера ячеек $A = 0,4 - 1$ мкм [56, 209], т.е. составляет 100–250 нм, а деформации сдвига γ_p в стенках достигают 20 % и более. В результате с границами ячеек связаны большие градиенты пластической деформации и

соответственно высокая плотность ГН-дислокаций $\rho_{gn} = b^{-1} \partial \gamma_p / \partial x$. Деформация сдвига в стенке определяется формулой Орована $\gamma_p = b \rho_s(x, \varepsilon) \lambda_f$, где $\lambda_f(x, \varepsilon) = 1/\delta_f \rho_s^{1/2}(x, \varepsilon)$ — длина свободного пробега дислокаций сквозь лес дислокаций в границах ячеек, $\delta_f \approx 10^{-2}$. В результате для плотности ГН-дислокаций имеем соотношение $\rho_{gn}(x, \varepsilon) = \delta_f^{-1} \partial \rho_s^{1/2}(x, \varepsilon) / \partial x$. Подставляя в него плотность СС-дислокаций (37), получаем распределение плотности ГН-дислокаций в ячеистой структуре (рис. 23б):

$$\rho_{gn}(x, \varepsilon) = -\rho_N \frac{v(\varepsilon)[f(\varepsilon) - 1] \sin(2\pi x/A)}{[1 + (f(\varepsilon) - 1) \sin^2(\pi x/A)]^2}, \quad (38)$$

где $\rho_N = (\pi/\delta_f A \rho_m^{1/2}) \rho_m \approx 16 \rho_m$ при $A \rho_m^{1/2} = 20$ [211].

Из рисунка 23б и поясняющей его схемы на рис. 23в видно, что ГН-дислокации образуют на месте границы дислокационной ячейки две дислокационные стенки конечной ширины с высокой плотностью дислокаций в них, $\rho_{gn} = (10 - 100) \rho_s \approx 10^{15} - 10^{16} \text{ м}^{-2}$. Такие плотные дислокационные стенки (dense dislocation walls [196]) возникают на начальном этапе формирования блочной дислокационной структуры. В трансмиссионном электронном микроскопе они выглядят как тёмные, широкие по сравнению с границами ячеек микрополосы, поскольку со стенками связана локальная ориентация решётки $\omega(x, y) = \gamma_p(x, y) = \delta_f^{-1} b \rho_s^{1/2}(x, y)$. При $\delta_f = 10^{-2}$, $b = 0,25$ нм и $\rho_s = 10^{13} - 10^{14} \text{ м}^{-2}$ находим, что $\omega \approx 4^\circ - 14^\circ$. С высокой плотностью ГН-дислокаций связано появление при больших пластических деформациях дополнительных IV и V стадий на кривых деформационного упрочнения металлов с ГЦК-решёткой [219, 220].

Как показывает анализ [209–212] экспериментальных данных, формирование блочных и ячеистых дислокационных структур связано с процессами пространственной самоорганизации дислокаций [56, 109], в рассматриваемом случае — с самоорганизацией ГН-дислокаций. На это обстоятельство указывает то, что параметры блочной структуры (размер блоков A [211, 212], ширина их границ ΔA [209], угол разориентации блоков ω [210–212]), как и у ячеистых структур, подчиняются принципу подобия, т.е. изменяются с ростом плотности дислокаций в соответствии с законами $\Delta A \sim A \sim \rho^{-1/2}$, $\omega \sim \rho^{1/2}$, сохраняя постоянными соотношения между этими параметрами.

Для напряжений течения при больших пластических деформациях, когда формируется блочная структура, выполняются, как и в ячеистой структуре, законы $\tau \sim \rho^{1/2} \sim A^{-1}$ [211, 212]. Зависимость $\tau \sim A^{-1}$ указывает на то, что, несмотря на большой угол разориентации решётки, граница блока является неупорядоченной и неравновесной, т.е. состоит, как и в ячеистой структуре, из дискретных дислокаций, но преимущественно одного знака. После отжига при невысоких температурах и небольшой первичной рекристаллизации границы становятся термодинамически равновесными, и зависимость напряжений течения от размера d образовавшихся микрорёбер подчиняется соотношению ХП $\tau \sim d^{-1/2}$ [40, 221].

4. Заключение

1. Из приведённых в разделе 2 результатов исследования влияния размеров зёрен в диапазоне 2–1000 нм на прочностные и деформационные свойства металличе-

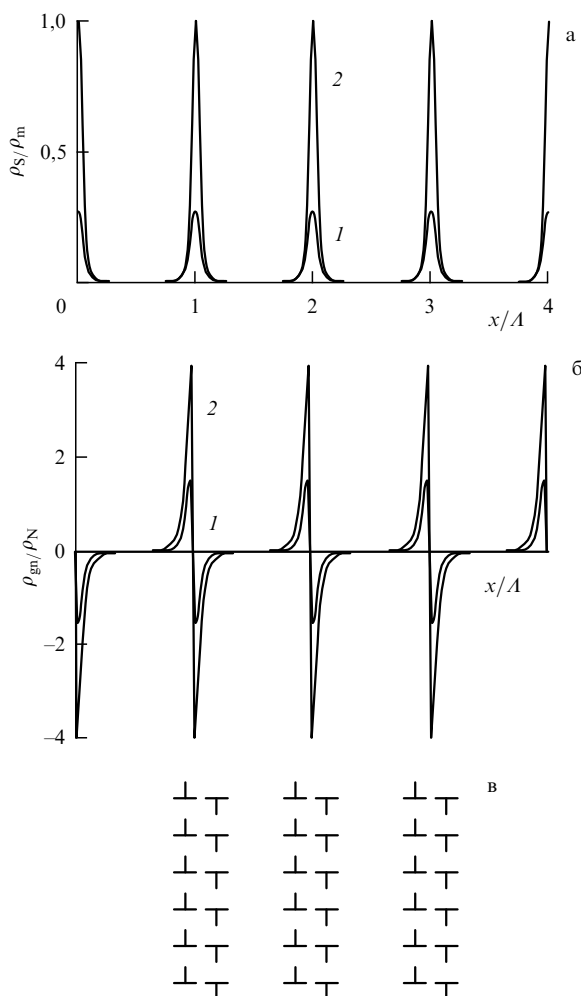


Рис. 23. Распределение дислокаций согласно уравнениям (37) и (38) в ячеистой дислокационной структуре (а) и образование в ней парных стенок ГН-дислокаций (б) при деформациях 5 % (кривые 1) и 50 % (кривые 2); (в) схема парных стенок из ГН-дислокаций.

ских материалов видно, что это влияние имеет как позитивный, так и негативный характер. Позитивный — потому что измельчение зёрен существенно, на порядок, увеличивает сопротивление материала пластической деформации; негативный — потому что при этом снижается сопротивление НК-материала локализации деформации в виде шейки, в результате чего наступает пластический разрыв нанокристаллического образца на ранней стадии деформации. Столь противоположные тенденции есть следствие общей закономерности, касающейся генетической взаимосвязи прочности и ресурса пластичности в условиях одноосного растяжения различных материалов [112–115].

Другая характерная особенность пластической деформации нанокристаллических материалов — это смена при размерах зёрен менее 10–20 нм механизма зернограничного (в соответствии с соотношением Холла–Петча) упрочнения наноматериала на механизм его зернограничного разупрочнения, связанного с диффузионным поглощением и аннигиляцией дислокаций в границах нанозёрен. Разупрочнение наступает при обычных температурах, что сильно снижает прочность наноматериала. Но указанное обстоятельство имеет и положительный аспект, поскольку создаёт технологическую основу для высокоскоростной и низкотемпературной сверхпластической деформации этих материалов.

Методы улучшения пластических свойств НК-материалов, такие как создание бимодальных наномикрозёренных и нанодвойникованных субмикрозёренных структур, позволяют улучшить эти свойства (в смысле роста величины равномерной деформации до начала образования шейки) без существенной потери прочности. В связи с нанодвойникованными субмикрозёренными структурами следует заметить, что эксперименты выявили неожиданное обстоятельство, а именно что границы нанодвойников в результате поглощения и испускания ими решёточных дислокаций теряют когерентность и приобретают свойство границ нанозёрен служить стоком для дислокаций.

Важным аспектом пластической деформации кристаллических материалов является образование геометрически необходимых дислокаций из-за наличия больших градиентов пластической деформации на микро- и наномасштабном уровнях в границах дислокационных ячеек. При больших пластических деформациях, достигаемых, например, методом равноканального углового прессования, генерация и самоорганизация ГН-дислокаций приводит к формированию в материале блочной дислокационной структуры, фрагментирующей его на сильно разориентированные кристаллические блоки (фрагменты) размером 100–200 нм, что на порядок повышает прочность материала по сравнению с его исходным состоянием.

2. Что касается прочности монокристаллических образцов в виде тонких плёнок, микростолбиков и микропроволок (усов) с поперечными размерами в микро- и нанодиапазонах, то приведённые в разделе 3 экспериментальные данные однозначно свидетельствуют о том, что их прочность растёт по мере утончения кристалла и роста его совершенства (снижения в нём плотности поверхностных дефектов и источников дислокаций) и достигает теоретической прочности на сдвиг в отсутствие дефектов. Особенность механизма пластической деформации нано- и микрокристаллов состоит в том, что он

контролируется в основном двумя кинетическими процессами: эмиссией дислокаций из поверхностных и приповерхностных дислокационных источников и уходом дислокаций из кристалла через ту же поверхность. Оба указанных процесса существенным образом, но по-разному, зависят от размера поперечного сечения кристалла. Выявление источников дислокаций и их эволюция в процессе деформации должны стать предметом дальнейших исследований. Методы молекулярной динамики и динамики дискретных дислокаций, широко использованные для выяснения механизма влияния размерного фактора на прочность и особенности деформации наноразмерных кристаллов, позволили обнаружить тонкие детали этого влияния, такие как возникновение однополосных дислокационных источников с критическими длинами, зависящими от поперечного размера кристалла.

3. Сделанный в обзоре на основе уравнений дислокационной кинетики анализ механизма прочности и пластичности НК-металлов и микро- и наноразмерных кристаллов позволил в рамках единого теоретического подхода систематически исследовать влияние размерного фактора в широком диапазоне масштабов на среднюю плотность дислокаций и её эволюцию с деформацией в исследуемых материалах. Уравнения учитывают такие характерные для пластической деформации наноразмерных структур обстоятельства, как доминирующая роль границ нанозёрен и поверхности нанокристаллов — источников, стоков и барьеров для дислокаций.

В результате дислокационно-кинетического анализа получили количественную проверку, уточнение и теоретическое обоснование такие особенности деформации наноразмерных кристаллов, как механизмы дислокационного голодания и истощения деформационного упрочнения. Уточнение касается влияния деформационного упрочнения на начальную (нулевую) стадию деформации наноразмерных кристаллов, стадию активации дислокационных источников. Наличие деформационного упрочнения на этой стадии следует из сделанного в обзоре дислокационно-кинетического анализа экспериментальных данных. Это обстоятельство находит подтверждение в работе [222].

Преимуществом дислокационно-кинетического подхода по сравнению с другими методами анализа механического поведения кристаллических материалов является возможность на микроскопическом уровне включить элементарные кинетические процессы (генерация дислокаций из источников, исчезновение их на стоках, размножение и аннигиляция дислокаций) в кинетическое уравнение для эволюции с деформацией или со временем средней плотности дислокаций в материале с учётом различных структурных факторов, таких как размерные факторы, рассмотренные в настоящем обзоре. Недостатком такого подхода является игнорирование статистического аспекта того или иного явления. Это обстоятельство следует учитывать при сопоставлении теории с экспериментом. Их соответствие друг другу имеет место с точностью до разброса экспериментальных данных.

4. В обзоре, в соответствии с поставленной задачей, мы ограничились анализом работ, в которых НК-материалы, нано- и микрокристаллы подвергались простым механическим воздействиям — одноосному растяжению, сжатию или изгибу. В литературе имеются работы, в

которых наноматериалы и нанокристаллы деформировались в более сложных условиях, таких как механическая усталость [223], ударное нагружение [224], ползучесть [2], нестабильность размеров нанозёрен при повышенных температурах [225]. Поскольку во всех этих случаях дислокации определяют прочность и пластические свойства наноматериала, то дислокационно-кинетический анализ их механического поведения в указанных условиях также может быть использован. Результаты его применения к анализу сверхпластической деформации микро- и наноматериалов имеются в [4, 40]. В [226] приведены результаты дислокационно-кинетического анализа влияния размера зёрен на ударную вязкость. Из них следует, что вязкость разрушения снижается после достижения зёрнами некоторого критического размера, что находит подтверждение на опыте [227]. В работе [228] дислокационно-кинетический подход был использован для анализа критических условий образования ячеистой дислокационной структуры в металлах в экстремальных условиях нейтронного облучения. Другие указанные выше случаи поведения наноматериалов и сплавов в сложных условиях нагружения должны стать предметом дальнейших исследований в рамках этого подхода.

Список литературы

- Gleiter H *Prog. Mater. Sci.* **33** 223 (1989)
- Sherby O D, Wadsworth J *Prog. Mater. Sci.* **33** 169 (1989)
- Chokshi A H et al. *Scripta Metallurg.* **23** 1679 (1989)
- Малыгин Г А *ФТТ* **37** 2281 (1995) [Malygin G A *Phys. Solid State* **37** 1248 (1995)]
- Masumura R A, Hazzledine P M, Pande C S *Acta Mater.* **46** 4527 (1998)
- Conrad H, Narayan J *Scripta Mater.* **42** 1025 (2000)
- Valiev R Z, Islamgaliev R K, Alexandrov I V *Prog. Mater. Sci.* **45** 103 (2000)
- Рыбин В В *Большие пластические деформации и разрушение металлов* (М: Металлургия, 1986)
- Zhilyaev A P, Langdon T G *Prog. Mater. Sci.* **53** 893 (2008)
- Абросимова Г Е и др. *ФТТ* **49** 983 (2007) [Abrosimova G E et al. *Phys. Solid State* **49** 1034 (2007)]
- Lee M H et al. *Scripta Mater.* **58** 651 (2008)
- Глезер А М, Манаенков С Е, Пермякова И Е *Изв. РАН Сер. физ.* **71** 1745 (2007) [Glezer A M, Manaenkov S E, Permyakova I E *Bull. Russ. Acad. Sci. Phys.* **71** 1702 (2007)]
- Brenner S S J. *Appl. Phys.* **27** 1484 (1956)
- Brenner S S J. *Appl. Phys.* **28** 1023 (1957)
- Надгорный Э М и др. *УФН* **67** 625 (1959) [Nadgornyi E M et al. *Sov. Phys. Usp.* **2** 282 (1959)]
- Uchic M D et al. *Science* **305** 986 (2004)
- Greer J R, Nix W D *Appl. Phys. A* **80** 1625 (2005)
- Greer J R, Oliver W C, Nix W D *Acta Mater.* **53** 1821 (2005)
- Haque M A, Saif M T A *Sensors Actuators A* **97–98** 239 (2002)
- Fleck N A et al. *Acta Metallurg. Mater.* **42** 475 (1994)
- Stölken J S, Evans A G *Acta Mater.* **46** 5109 (1998)
- Evans A G, Hutchinson J W *Acta Mater.* **57** 1675 (2009)
- Nix W D, Gao H J. *Mech. Phys. Solids* **46** 411 (1998)
- Suresh S, Nieh T-G, Choi B W *Scripta Mater.* **41** 951 (1999)
- Головин Ю И *ФТТ* **50** 2113 (2008) [Golovin Yu I *Phys. Solid State* **50** 2205 (2008)]
- Funakubo H (Ed.) *Shape Memory Alloys* (New York: Gordon and Breach, 1984)
- Лихачев В А, Кузьмин С Л, Каменцева З П *Эффект памяти формы* (Л: Изд-во ЛГУ, 1987)
- Хачин В Н, Пушин В Г, Кондратьев В В *Никелид титана: структура и свойства* (М: Наука, 1992)
- Малыгин Г А *УФН* **171** 187 (2001) [Malygin G A *Phys. Usp.* **44** 173 (2001)]
- Васильев А Н и др. *УФН* **173** 577 (2003) [Vasil'ev A N et al. *Phys. Usp.* **46** 559 (2003)]
- Kohl M *Shape Memory Microactuators* (Berlin: Springer, 2004)
- San Juan J, N6 M L, Schuh C A *Adv. Mater.* **20** 272 (2008)
- Малыгин Г А *ФТТ* **50** 1480 (2008) [Malygin G A *Phys. Solid State* **50** 1538 (2008)]
- Yang H-S, Bhadeshia H K D H *Scripta Mater.* **60** 493 (2009)
- Frick C P, Orso S, Arzt E *Acta Mater.* **55** 3845 (2007)
- Frick C P et al. *Scripta Mater.* **59** 7 (2008)
- Chen Y, Schuh C A *Acta Mater.* **59** 537 (2011)
- Малыгин Г А *ЖТФ* **79** (12) 60 (2009) [Malygin G A *Tech. Phys.* **54** 1782 (2009)]
- Meyers M A, Mishra A, Benson D J *Prog. Mater. Sci.* **51** 427 (2006)
- Малыгин Г А *ФТТ* **49** 961 (2007) [Malygin G A *Phys. Solid State* **49** 1013 (2007)]
- Dao M et al. *Acta Mater.* **55** 4041 (2007)
- Armstrong R W, in *Mechanical Properties of Nanocrystalline Materials* (Ed. J C M Li) (Hackensack, NJ: World Sci. Publ., 2009) Ch. 3
- Андреевский Р А, Глезер А М *УФН* **179** 337 (2009) [Andrievskii R A, Glezer A M *Phys. Usp.* **52** 315 (2009)]
- Uchic M D, Shade P A, Dimiduk D M *Annu. Rev. Mater. Res.* **39** 361 (2009)
- Dehm G *Prog. Mater. Sci.* **54** 664 (2009)
- Scripta Mater.* **48** (2) (2003)
- Van Swygenhoven H, Farkas D, Caro A *Phys. Rev. B* **62** 831 (2000)
- Hasnaoui A, Derlet P M, Van Swygenhoven H *Acta Mater.* **52** 2251 (2004)
- Wolf D et al. *Acta Mater.* **53** 1 (2005)
- Куксин А Ю, Стерайлов В В, Янилкин А В *ФТТ* **50** 1984 (2008) [Kuksin A Yu, Sterailov V V, Yanilkin A V *Phys. Solid State* **50** 2069 (2008)]
- Zhou C, Biner S B, LeSar R *Acta Mater.* **58** 1565 (2010)
- Espinosa H D et al. *Proc. Natl. Acad. Sci. USA* **102** 16933 (2005)
- Rao S I et al. *Acta Mater.* **56** 3245 (2008)
- Fertig R S, Baker S P *Prog. Mater. Sci.* **54** 874 (2009)
- Motz C et al. *Acta Mater.* **57** 1744 (2009)
- Малыгин Г А *УФН* **169** 979 (1999) [Malygin G A *Phys. Usp.* **42** 887 (1999)]
- Shi J, Zikry M A *Mater. Sci. Eng. A* **520** 121 (2009)
- Малыгин Г А *ФТТ* **52** 48 (2010) [Malygin G A *Phys. Solid State* **52** 49 (2010)]
- Gryaznov V G et al. *J. Mater. Sci.* **28** 4359 (1993)
- Гуткин М Ю, Овидько И А *Физическая механика деформируемых наноструктур. Т. 1. Нанокристаллические материалы* (СПб: Янус, 2003)
- Колесникова А Л, Овидько И А, Романов А Е *Письма в ЖТФ* **33** (15) 26 (2007) [Kolesnikova A L, Ovid'ko I A, Romanov A E *Tech. Phys. Lett.* **33** 641 (2007)]
- Гуткин М Ю, Овидько И А *ФТТ* **50** 630 (2008) [Gutkin M Yu Ovid'ko I A *Phys. Solid State* **50** 655 (2008)]
- Поздняков В А, Глезер А М *ФТТ* **44** 705 (2002) [Pozdnyakov V A, Glezer A M *Phys. Solid State* **44** 732 (2002)]
- Глезер А М *Изв. РАН. Сер. физ.* **67** 810 (2003) [Glezer A M *Bull. Russ. Acad. Sci. Phys.* **67** 893 (2003)]
- Park H S, Gall K, Zimmerman J A *Phys. Rev. Lett.* **95** 255504 (2005)
- Малыгин Г А *ФТТ* **43** 1286 (2001) [Malygin G A *Phys. Solid State* **43** 1339 (2001)]
- Inagaki H Z. *Metallk.* **83** 97 (1992); Inagaki H Z. *Metallk.* **83** 304 (1992)
- Pinsook U, Ackland G J *Phys. Rev. B* **62** 5427 (2000)
- Howe J M, Pond R C, Hirth J P *Prog. Mater. Sci.* **54** 792 (2009)
- Tu J et al. *J. Mater. Sci.* **29** 1662 (1994)
- Глезер А М, Блинова Е Н, Поздняков В А *Изв. РАН. Сер. физ.* **66** 1263 (2002)
- Giga A et al. *Scripta Mater.* **55** 143 (2006)
- Wang Y M, Ma E *Appl. Phys. Lett.* **83** 3165 (2003)
- Wei Q et al. *Mater. Sci. Eng. A* **381** 71 (2004)
- Cheng S et al. *Acta Mater.* **53** 1521 (2005)
- Asaro R J, Suresh S *Acta Mater.* **53** 3369 (2005)
- Chen J, Lu L, Lu K *Scripta Mater.* **54** 1913 (2006)
- Wang Y M, Hamza A V, Ma E *Acta Mater.* **54** 2715 (2006)
- Малыгин Г А *ФТТ* **49** 2161 (2007) [Malygin G A *Phys. Solid State* **49** 2266 (2007)]

80. Detor A J, Schuh C A *Acta Mater.* **55** 371 (2007); Trelewicz J R, Schuh C A *Acta Mater.* **55** 5948 (2007)
81. Wei Q et al. *Appl. Phys. Lett.* **81** 1240 (2002)
82. Jia D, Ramesh K T, Ma E *Acta Mater.* **51** 3495 (2003)
83. Малыгин Г А *ФТТ* **51** 1709 (2009) [Malygin G A *Phys. Solid State* **51** 1814 (2009)]
84. Nachum S et al. *Mater. Sci. Eng. A* **527** 5065 (2010)
85. Wang Y et al. *Nature* **419** 912 (2002)
86. Gil Sevillano J, Aldazabal J *Scripta Mater.* **51** 795 (2004)
87. Поздняков В А *Изв. РАН Сер. физ.* **71** 1751 (2007) [Pozdnyakov V A *Bull. Russ. Acad. Sci. Phys.* **71** 1708 (2007)]
88. Малыгин Г А *ФТТ* **50** 990 (2008) [Malygin G A *Phys. Solid State* **50** 1056 (2008)]
89. Phaniraj M P, Prasad M J N V, Chokshi A H *Mater. Sci. Eng. A* **463** 231 (2007)
90. Малыгин Г А *ФТТ* **50** 1013 (2008) [Malygin G A *Phys. Solid State* **50** 1032 (2008)]
91. Sasaki T T Ohkubo T, Hono K *Acta Mater.* **57** 3529 (2009)
92. Srinivasarao B et al. *Acta Mater.* **57** 3277 (2009)
93. Lu L et al. *Science* **304** 422 (2004)
94. Ma E et al. *Appl. Phys. Lett.* **85** 4932 (2004)
95. Lu L et al. *Acta Mater.* **53** 2169 (2005)
96. Chen X H, Lu L *Scripta Mater.* **57** 133 (2007)
97. Lu L et al. *Science* **323** 607 (2009)
98. Lu K, Lu L, Suresh S *Science* **324** 349 (2009)
99. Lu L et al. *Scripta Mater.* **60** 1062 (2009)
100. Lu L et al. *Acta Mater.* **57** 4933 (2009)
101. Wang G et al. *Mater. Sci. Eng. A* **527** 4270 (2010)
102. Li J C M, Chou Y T *Metallurg. Trans.* **1** 1145 (1970)
103. Youssef K M et al. *Appl. Phys. Lett.* **87** 091904 (2005)
104. Wu X-L, Ma E *Appl. Phys. Lett.* **88** 231911 (2006)
105. Bitzek E et al. *Acta Mater.* **56** 4846 (2008)
106. Dorn J E, Rajnak S *Trans. Metal. Soc. AIME* **230** 1052 (1964)
107. Малыгин Г А *ФММ* **58** 360 (1984)
108. Cross M C, Hohenberg P C *Rev. Mod. Phys.* **65** 851 (1993)
109. Малыгин Г А *ФТТ* **37** 3 (1995) [Malygin G A *Phys. Solid State* **37** 1 (1995)]
110. Han Z et al. *Appl. Phys. Lett.* **93** 231912 (2008)
111. Chen M *Annu. Rev. Mater. Res.* **38** 445 (2008)
112. Малыгин Г А *ФТТ* **47** 236 (2005) [Malygin G A *Phys. Solid State* **47** 246 (2005)]
113. Малыгин Г А *ФТТ* **47** 632 (2005) [Malygin G A *Phys. Solid State* **47** 656 (2005)]
114. Малыгин Г А *ФТТ* **47** 870 (2005) [Malygin G A *Phys. Solid State* **47** 896 (2005)]
115. Малыгин Г А *ФТТ* **53** 341 (2011) [Malygin G A *Phys. Solid State* **53** 363 (2011)]
116. Shen Y F et al. *Scripta Mater.* **52** 989 (2005)
117. Zhang Y, Tao N R, Lu K *Scripta Mater.* **60** 211 (2009)
118. Li Y S, Tao N R, Lu K *Acta Mater.* **56** 230 (2008)
119. Sanders P G, Eastman J A, Weertman J R *Acta Mater.* **45** 4019 (1997)
120. Wang H L, Wang Z B, Lu K *Acta Mater.* **59** 1818 (2011)
121. Zhu T et al. *Proc. Natl. Acad. Sci. USA* **104** 3031 (2007)
122. Jin Z-H et al. *Acta Mater.* **56** 1126 (2008)
123. Lian J, Baudelet B *Mater. Sci. Eng.* **84** 157 (1986)
124. Suzuki H, Ikeda S, Takeuchi S *J. Phys. Soc. Jpn.* **11** 382 (1956)
125. Yoshida K, Gotoh Y, Yamamoto M *J. Phys. Soc. Jpn.* **24** 1099 (1968)
126. Diehl J Z. *Metallkd.* **47** 331 (1956)
127. Малыгин Г А *ФТТ* **35** 1698 (1993) [Malygin G A *Phys. Solid State* **35** 1470 (1993)]
128. Kramer I R, Podlasek S *Acta Metallurg.* **11** 70 (1963)
129. Kramer I R, Demer L J *Prog. Mater. Sci.* **9** 133 (1961)
130. Rosi F D *Acta Metallurg.* **5** 348 (1957)
131. Nakada Y, Chalmers B *Trans. AIME* **230** 1339 (1961)
132. Kramer I R, Demer L J *Trans. AIME* **221** 780 (1961)
133. Latanision R M, Staehle R W *Acta Metallurg.* **17** 307 (1969)
134. Малыгин Г А *ФТТ* **35** 1328 (1993) [Malygin G A *Phys. Solid State* **35** 855 (1993)]
135. Berner R, Kronmüller H "Plastische Verformung von Einkristallen", in *Moderne Probleme der Metallphysik* Vol. 1 (Ed. A Seeger) (Berlin: Springer-Verlag, 1965) [Бернер Р, Кронмюллер Г *Пластическая деформация монокристаллов* (М.: Мир, 1969)]
136. Uchic M D, Dimiduk D M *Mater. Sci. Eng. A* **400–401** 268 (2005)
137. Coulombier M et al. *Scripta Mater.* **62** 742 (2010)
138. Dimiduk D M, Uchic M D, Parthasarathy T A *Acta Mater.* **53** 4065 (2005)
139. Frick C P et al. *Mater. Sci. Eng. A* **489** 319 (2008)
140. Norfleet D M et al. *Acta Mater.* **56** 2988 (2008)
141. Shan Z W et al. *Nature Mater.* **7** 115 (2007)
142. Greer J R, Nix W D *Phys. Rev. B* **73** 245410 (2006)
143. Volkert C A et al. *Appl. Phys. Lett.* **89** 061920 (2006)
144. Volkert C A, Lilleodden E T *Philos. Mag.* **86** 5567 (2006)
145. Lee D et al. *Scripta Mater.* **56** 437 (2007)
146. Dou R, Derby B *Scripta Mater.* **59** 151 (2008)
147. Dou R, Derby B *Scripta Mater.* **61** 524 (2009)
148. Kim J-Y, Greer J R *Acta Mater.* **57** 5245 (2009)
149. Motz C, Schöberl T, Pippin R *Acta Mater.* **53** 4269 (2005)
150. Kiener D et al. *Adv. Eng. Mater.* **8** 1119 (2006)
151. Kiener D et al. *Acta Mater.* **56** 580 (2008)
152. Zhao Y H et al. *Scripta Mater.* **59** 627 (2008)
153. Gruber P A et al. *Acta Mater.* **56** 2318 (2008)
154. Ng K S, Ngan A H W *Scripta Mater.* **59** 796 (2008)
155. Ng K S, Ngan A H W *Acta Mater.* **56** 1712 (2008)
156. Lederer M et al. *Mater. Sci. Eng. A* **527** 590 (2010)
157. Buzzi S et al. *Philos. Mag.* **89** 869 (2009)
158. Dou R, Xu B, Derby B *Scripta Mater.* **63** 308 (2010)
159. Bei H et al. *Scripta Mater.* **57** 397 (2007)
160. Bei H et al. *Acta Mater.* **56** 4762 (2008)
161. Kim J-Y, Greer J R *Appl. Phys. Lett.* **93** 101916 (2008)
162. Greer J R, Weinberger C R, Cai W *Mater. Sci. Eng. A* **493** 21 (2008)
163. Lowry M B et al. *Acta Mater.* **58** 5160 (2010)
164. Kim J-Y, Jang D, Greer J R *Acta Mater.* **58** 2355 (2010)
165. Kim J-Y, Jang D, Greer J R *Scripta Mater.* **61** 300 (2009)
166. Schneider A S et al. *Mater. Sci. Eng. A* **508** 241 (2009)
167. Schneider A S et al. *Phys. Rev. Lett.* **103** 105501 (2009)
168. Han S M et al. *Scripta Mater.* **63** 1153 (2010)
169. Nadgorny E M, Dimiduk D M, Uchic M D *J. Mater. Res.* **23** 2829 (2008)
170. Dimiduk D M et al. *Philos. Mag.* **90** 3621 (2010)
171. Oh S H et al. *Nature Mater.* **8** 95 (2009)
172. Kiener D, Minor A M *Acta Mater.* **59** 1328 (2011)
173. Senger J et al. *Scripta Mater.* **58** 587 (2008)
174. El-Awady J A et al. *Phys. Rev. B* **80** 104104 (2009)
175. Zhou C, Biner S, LeSar R *Scripta Mater.* **63** 1096 (2010)
176. Segall D E, Li C, Xu G *Philos. Mag.* **86** 5083 (2006)
177. Zhu T et al. *Phys. Rev. Lett.* **100** 025502 (2008)
178. Li C, Xu G *Philos. Mag.* **86** 2957 (2006)
179. Parthasarathy T A et al. *Scripta Mater.* **56** 313 (2007)
180. Nowak J D et al. *Scripta Mater.* **62** 819 (2010)
181. Ogata S et al. *Phys. Rev. B* **70** 104104 (2004)
182. Von Blanckenhagen B, Gumbsch P, Arzt E *Philos. Mag. Lett.* **83** 1 (2003)
183. Begau C et al. *Acta Mater.* **59** 934 (2011)
184. Lee S-W, Han S M, Nix W D *Acta Mater.* **57** 4404 (2009)
185. Zhou C, Biner S B, LeSar R *Acta Mater.* **58** 1565 (2010)
186. Малыгин Г А *ФТТ* **29** 2067 (1987) [Malygin G A *Sov. Phys. Solid State* **29** 1189 (1987)]
187. Yoshida K, Goto Y, Yamamoto M *J. Phys. Soc. Jpn.* **21** 825 (1966)
188. Gotoh Y *J. Appl. Phys.* **44** 1382 (1973)
189. Jang D, Greer J R *Scripta Mater.* **64** 77 (2011)
190. Ashby M F *Philos. Mag.* **21** 399 (1970)
191. Mughrabi H *Mater. Sci. Eng. A* **387–389** 209 (2004)
192. Motz C, Schöberl T, Pippin R *Acta Mater.* **53** 4269 (2005)
193. Ehrler B et al. *Philos. Mag.* **88** 3043 (2008)
194. Xiang Y, Vlassak J J *Acta Mater.* **54** 5449 (2006)
195. Gao H, Huang Y *Scripta Mater.* **48** 113 (2003)
196. Hughes D A, Hansen N, Bammann D J *Scripta Mater.* **48** 147 (2003)
197. Urusovskaya A A, Thyagarajan R *Phys. Status Solidi B* **10** 349 (1965)
198. Higashida K, Takamura J, Narita N *Mater. Sci. Eng.* **81** 239 (1986)
199. Karduck P et al. *Textures of Materials: Proc. of the Fifth Intern. Conf. on Textures of Materials, March 28–31, 1978, Aachen,*

- Germany Vol. 1 (Eds G Gottstein, K Lücke) (Berlin: Springer-Verlag, 1978) p. 377
200. Малыгин Г А *ФТТ* **32** 1102 (1990) [Malygin G A *Sov. Phys. Solid State* **32** 561 (1990)]
 201. Nye J E *Acta Metallurg.* **1** 153 (1953)
 202. Wei C T, Beck P A *J. Appl. Phys.* **27** 1508 (1956)
 203. Малыгин Г А *ФТТ* **44** 1249 (2002) [Malygin G A *Phys. Solid State* **44** 1305 (2002)]
 204. Малыгин Г А *ФТТ* **34** 2882 (1992) [Malygin G A *Sov. Phys. Solid State* **34** 1543 (1992)]
 205. Гектина И В и др. *Металлофизика* **9** (2) 33 (1987)
 206. Washburn J, Parker E R *J. Metals* **4** 1076 (1952)
 207. Gubicza J et al. *Mater. Sci. Eng. A* **387–389** 55 (2004)
 208. Hughes D A et al. *Acta Mater.* **45** 105 (1997)
 209. Малыгин Г А *ФТТ* **44** 1979 (2002) [Malygin G A *Phys. Solid State* **44** 2072 (2002)]
 210. Малыгин Г А *ФТТ* **46** 1968 (2004) [Malygin G A *Phys. Solid State* **46** 2035 (2004)]
 211. Малыгин Г А *ФТТ* **48** 651 (2006) [Malygin G A *Phys. Solid State* **48** 693 (2006)]
 212. Malygin G A, in *Proc. The Second Int. Symp. on Physics and Mechanics of Large Plastic Strains, St. Petersburg, Russia, June 4–9, 2007, "Prometey"; Вопросы материаловед.* (4(52)) 260 (2007)
 213. Nabarro F R N, Basinski Z S, Holt D B *Adv. Phys.* **13** 193 (1964) [Набарро Ф Р Н, Базинский З С, Холт Д Б *Пластичность чистых монокристаллов* (М.: Металлургия, 1967)]
 214. Kawasaki Y *J. Phys. Soc. Jpn.* **36** 142 (1974)
 215. Liu Q, Jensen D J, Hansen N *Acta Mater.* **46** 5819 (1998)
 216. Hughes D A, Hansen N *Acta Mater.* **48** 2985 (2000)
 217. Малыгин Г А *ФТТ* **31** 175 (1989) [Malygin G A *Sov. Phys. Solid State* **31** 96 (1989)]
 218. Малыгин Г А *ФТТ* **31** (7) 43 (1989) [Malygin G A *Sov. Phys. Solid State* **31** 1123 (1989)]
 219. Zehetbauer M, Seumer V *Acta Metallurg. Mater.* **41** 577 (1993)
 220. Малыгин Г А *ФТТ* **43** 1832 (2001) [Malygin G A *Phys. Solid State* **43** 1909 (2001)]
 221. Tsuji N et al. *Scripta Mater.* **47** 893 (2002)
 222. Maab R et al. *Acta Mater.* **57** 5996 (2009)
 223. Vinogradov A Yu et al. *Mater. Sci. Eng. A* **318** 163 (2001)
 224. Ботвина Л Р и др. *Российские нанотехнологии* **2** (1–2) 106 (2007)
 225. Morris D G, Muñoz-Morris M A *Acta Mater.* **50** 4047 (2002)
 226. Малыгин Г А *ФТТ* **48** 1622 (2006) [Malygin G A *Phys. Solid State* **48** 1716 (2006)]
 227. Li S X, Cui G R *J. Appl. Phys.* **101** 083525 (2007)
 228. Малыгин Г А *ФТТ* **48** 455 (2006) [Malygin G A *Phys. Solid State* **48** 484 (2006)]

Strength and plasticity of nanocrystalline materials and nanosized crystals

G.A. Malygin

*Ioffe Physical Technical Institute, Russian Academy of Sciences,
ul. Politekhnikeskaya 26, 194021 St. Petersburg, Russian Federation
E-mail: malygin.ga@mail.ioffe.ru*

The effect of grain boundaries and the crystal surface on the deformation and strength properties of nanocrystalline and nanosized materials, primarily metals, is reviewed. Basic experimental facts about the mechanical behavior of nanocrystal materials are presented and the observed findings are theoretically analyzed using the equations of dislocation kinetics that take into account the properties of grain boundaries as sources, sinks and barriers for dislocations. Utilizing a similar approach, dimensional effects in the plastic deformation of micro- and nanocrystals are discussed by considering the crystal surface as a primary source of and sink for dislocations.

PACS numbers: 61.72.Cc, 61.82.Rx, 62.20.fq, **62.25.–g**

DOI: 10.3367/UFNr.0181.201111a.1129

Bibliography — 228 references

Received 3 March 2011, revised 15 April 2011

Uspekhi Fizicheskikh Nauk **181** (11) 1129–1156 (2011)

Physics – Uspekhi **54** (11) (2011)