

К 100-летию со Дня рождения академика С. Н. Журкова¹.

Кинетические особенности деформации твердых тел в нано- и микрообъемах

© Ю.И. Головин, С.Н. Дуб*, В.И. Иволгин, В.В. Коренков, А.И. Тюрин

Тамбовский государственный университет им. Г.Р. Державина,
392622 Тамбов, Россия

* Институт сверхтвердых материалов Национальной академии наук Украины,
Киев, Украина

E-mail: golovin@tsu.tmb.ru

Описаны результаты экспериментального исследования динамики деформации нанообъемов кристаллических, квазикристаллических и аморфных твердых тел методом непрерывного наноиндентирования с разрешением до 0.1 nm. Определен предел упругости в наноконтакте для ряда материалов. Обнаружены и исследованы процессы скачкообразного перехода к пластическому течению (эквивалент „зуба текучести“ в одноосных макроиспытаниях). Проанализирована динамика и статистика неустойчивости пластического течения в деформационно-стареющих сплавах. Выявлены особенности кривой локального деформирования, обусловленные фазовыми переходами под индентором и зарождением микротрещин. Показано, что несущая способность материала при наноконтактном нагружении во много раз превышает макроскопический предел текучести и даже в пластичных материалах приближается к теоретическому пределу прочности. Установлено, что релаксационные процессы в субмикрообъемах, протекающие после разгрузки, приводят к гораздо большему упругому последствию, чем при макроиспытаниях. В монокристаллах Si и Ge обнаружен эффект скачкообразного повышения трещиностойкости с ростом скорости деформирования.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 04-02-17198) и Министерства образования и науки РФ (грант № E02-3.4-263).

1. Введение

„Кинетический“ подход к прочности и пластичности твердых тел, развивавшийся несколько десятков лет С.Н. Журковым, его сотрудниками и последователями как альтернатива разнообразным теориям „предельного состояния“ [1], не потерял своей актуальности и в наше время. Более того, применение мощного арсенала современных физических методов исследования динамики структуры твердых тел на мезоскопическом, дислокационном, атомарном (а в последнее время и на электронно-спиновом) уровне превратило первоначальные полуинтуитивные представления о развитии деформации и разрушении во времени в экспериментально-верифицированную систему знаний о механическом поведении твердых тел как следствии многостадийного каскада взаимосвязанных событий на нескольких иерархических уровнях структуры [2–4]. Сложность такого подхода предопределена тем, что необходимо учитывать

объекты и процессы с характерными размерами L и временами релаксации τ , различающимися на много порядков величины (по L — до 10^{10} , а по τ — 10^{20} раз!). Такой диапазон обусловлен большим разнообразием структурных дефектов и их взаимодействий, ответственных за накопление повреждений под нагрузкой, различиями в динамике и механизмах движения носителей деформации, разной степенью коллективизации и самоорганизации событий низких структурных уровней на более высоких и др.

Макроскопическая пластическая деформация всегда является результатом громадного числа взаимообусловленных динамических процессов в дефектной структуре материала. Ввиду большого числа таких событий в единицу времени и инерционности традиционных механических средств испытания материалов реальная кинетика пластического течения, заложенная природой на микроуровне, маскируется, что затрудняет ее обнаружение и исследование.

Для экспериментального исследования динамики наноструктур необходимы *in situ* методы, обладающие

¹ Начало см. в выпуске 5 за 2005 г.

Сравнение двух видов механических испытаний: непрерывного индентирования и одноосного растяжения/сжатия

Характеристика	Вид испытания	
	Непрерывное внедрение индентора Берковича	Одноосное растяжение/сжатие
Тип машины	„Мягкая“	„Жесткая“
Характер макродеформации	Неоднородная	Однородная
Максимальная величина деформации	$\varepsilon_{\max} \approx \text{const} \approx 0.3$	$\varepsilon \rightarrow \text{var}$
Максимальные усредненные напряжения	$\sigma = kP/h^2 \approx \text{const} \approx H$	$\sigma = P/d^2 \rightarrow \text{var}$
Скорость деформации	$\dot{\varepsilon} \approx dh/hdt \approx v/h \rightarrow \text{var}$	$\dot{\varepsilon} \approx \text{const}$
Деформируемый объем	$V \approx ch^3 \rightarrow \text{var}$	$V = ld^2 \approx \text{const}$
Главные особенности	Неоднородная деформация сильно возрастающего объема материала практически неизменными напряжениями	Однородная деформация неизменного объема нарастающими напряжениями

одновременно высоким пространственным и временным разрешением. Интенсивное развитие в последнее десятилетие методов атомно-силовой микроскопии и связанных с ней способов тестирования, а также динамического наноиндентирования обеспечило возможность исследования механических свойств в нанобъемах, а в пределе — на уровне отдельных молекул или небольших групп атомов. Это позволяет по-новому взглянуть на ряд нерешенных фундаментальных проблем физики прочности и пластичности. Вместе с тем разработка наномеханических устройств записи и хранения информации с ультравысокой плотностью и других наноэлектромеханических систем, прогресс в области нанотехнологии в целом привели к появлению новых вопросов относительно природы механических свойств в наномасштабных объектах.

Из ряда имеющихся весьма скудных экспериментальных данных следует, что механические свойства большинства материалов испытывают значительные изменения в субмикронных масштабах, особенно сильные в областях с характерными размерами $L \leq 100 \text{ nm}$. Отсюда очевидна необходимость их изучения, выяснения физических причин и механизмов масштабных эффектов и кинетических процессов в этих условиях.

Помимо нанотехнологий и наноструктур существует множество других чрезвычайно распространенных ситуаций, в которых наноконтактное взаимодействие играет важнейшую, а часто и ключевую роль: сухое трение шероховатых поверхностей, абразивный и эрозийный износ, тонкий помол до наномасштабного уровня частиц, механическое сплавление и активация в шаровых мельницах и т.д. Во всех этих процессах реализуются кратковременные интенсивные наноконтактные взаимодействия, для моделирования которых также может использоваться динамическое наноиндентирование.

В работе представлены данные, относящиеся к процессам перехода от чисто упругой к упругопластической деформации и коллективному поведению дислокаций, вязкоупругому последствию, фазовым превращениям и зарождению микротрещин в различных кристаллических, квазикристаллических и аморфных материалах в условиях локального деформирования субмикробъемов.

2. Методика, аппаратура и образцы

Механические свойства и поведение различных твердых тел на субмикронном уровне в настоящей работе исследовались методом динамического наноиндентирования. Он заключается в прецизионном локальном нагружении поверхности материала хорошо аттестованным зондом (обычно алмазным индентором Берковича) с одновременной непрерывной регистрацией кинетики его погружения с разрешением в доли nm. Затем по этим данным строится $P-h$ -диаграмма (усилие внедрения-глубина погружения, аналогичная по смыслу традиционной диаграмме $\sigma-\varepsilon$). Из $P-h$ -диаграммы может быть извлечено около десятка параметров, характеризующих материал на наноуровне (в том числе и времязависимые), а после специальной обработки удастся восстановить и кривую $\sigma-\varepsilon$.

Специфическая особенность локального нагружения пирамидальным индентором состоит в изменении характерных размеров отпечатка $L \sim h$ и вовлеченного в деформацию объема материала на несколько порядков величины в процессе одного цикла испытания. Вследствие этого обычно и скорость относительной деформации $\dot{\varepsilon} \approx (1/h)dh/dt$ испытывает сильные изменения во время испытания по мере роста h . При малых h ($\sim 1-10 \text{ nm}$) даже весьма умеренные линейные скорости внедрения индентора ($dh/dt \sim 1 \text{ mm/s}$) обеспечивают достижение величин $\dot{\varepsilon} \geq 10^5 \text{ s}^{-1}$, которые характерны для деформации взрывом на поверхности. Другая особенность испытания индентированием состоит в том, что среднее контактное давление в отпечатке p_m (твердость по Мейеру) достигает в упругой области некоторой конечной величины. Эта величина при последующем погружении практически не меняется, несмотря на то что глубина продолжает нарастать (рис. 1). В ряде материалов значение p_m после достижения максимума в области $h \sim 10-100 \text{ nm}$ плавно или скачком уменьшается (иногда в несколько раз), после чего остается неизменным. Природа масштабного эффекта при $h \leq 100 \text{ nm}$ представляет самостоятельный интерес. В настоящей работе отметим лишь, что, за исключением этого начального участка, деформирование в первом

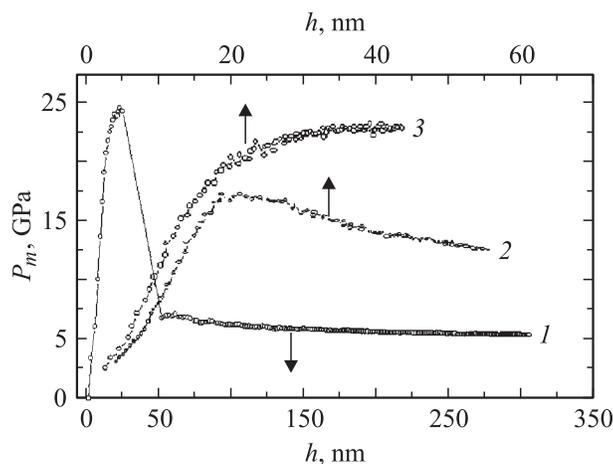


Рис. 1. Зависимость среднего контактного давления p_m от глубины отпечатка h на начальной стадии внедрения индентора в различных материалах. 1 — W (001), 2 — тетрагональная метастабильная структура ZrO_2 , 3 — кубическая структура ZrO_2 . В вольфраме наблюдался скачок деформации при давлении 24.9 GPa.

приближении происходит при постоянном напряжении, но захватывает объем материала $V \sim h^3$, возрастающий на много порядков величины. Все это вместе взятое позволяет охватить широкий диапазон скоростей деформирования (от 10^5 до 10^{-3} s^{-1}) и максимальных усилий вдавливания (от 0.01 мН до 2 Н). Таким образом, в отличие от одноосного растяжения/сжатия, где образец неизменного объема испытывают под действием растущих напряжений в условиях увеличивающейся с постоянной скоростью деформации, непрерывное наноиндентирование обеспечивает сканирование по размерам деформированной области и скорости относительной деформации на несколько порядков величины во время одного испытания (см. таблицу). Современные методы обработки результатов наноиндентирования позволяют разделить вклады масштабного и скоростного факторов и получить большой объем информации при испытаниях на одном образце, не разрушая его.

Задачи, которые могут быть решены методами наноиндентирования, целесообразно разбить на две группы. Первая включает методы, позволяющие найти границы масштабной инвариантности механических свойств и определить условия и режимы, при которых разрушающие макроиспытания могут быть заменены эквивалентными по результатам, но более производительными и материалосберегающими неразрушающими испытаниями. Во вторую группу входят методы, с помощью которых выясняют характер и причины изменения механического поведения в области малых размеров объектов. В работе уделено внимание и тем, и другим аспектам применения наноиндентирования для решения разнообразных задач.

Для нахождения твердости H и модуля упругости E по глубине отпечатка применялась методика Оливера и Фарра [5–7]. Она дает возможность перевести изме-

ряемое прибором смещение индентора h в реальную глубину контакта h_p и найти площадь проекции отпечатка A , необходимую для корректного определения $H = P/A$, с учетом фактической формы кончика индентора. Эта методика позволяет находить нанотвердость только для одной точки диаграммы нагружения, а именно в максимуме нагрузки, так как только для нее можно определить упругий прогиб поверхности образца вокруг отпечатка. В ИСМ НАН Украины разработан метод нахождения среднего контактного давления p_m для всех точек диаграммы нагружения индентором Берковича [8], который также применялся для обработки экспериментальных данных. Они были получены с помощью нескольких моделей нанотвердомеров, различающихся своими техническими характеристиками и возможностями: NanoIndenter-II фирмы MTS Systems, ультрамикротвердомер DUH-W201E фирмы Shimadzu и динамические нанотвердомеры оригинальной конструкции, разработанные в ТГУ [9,10]. Последние наряду с высокой разрешающей способностью по смещению индентора ($\sim 0.1 \text{ nm}$) обеспечивали дискретизацию отсчетов на уровне до $0.3 \mu\text{s}$ (против 50 ms у DUH-W201E и 100 ms у NanoIndenter-II).

Исследования микроструктуры и аттестация инденторов проводились на атомно-силовом микроскопе Solver-LS, работавшем в бесконтактной и латеральной моде. Поверхности образцов получались квазихрупким скалыванием или тщательной механической полировкой с последующим химическим травлением. Это устраняло зависимость результатов от состояния приповерхностных слоев материала, образовавшихся при обработке или в результате взаимодействия с окружающей средой. Контрольные опыты показали, что получаемые характеристики могут рассматриваться как свойства однородного материала, а не упроченных или окисленных слоев, сформированных при подготовке образца.

3. Предел текучести в нанобъеме

Переход от упругого к упругопластическому деформированию исследовался на наноиндентометре NanoIndenter-II при очень малых предельных нагрузках ($\sim 0.1\text{--}1 \text{ mN}$). Типичные примеры P – h -диаграмм для материалов различной природы и твердости показаны на рис. 2. На этих кривых можно выделить ряд характерных участков: монотонного роста h с увеличением нагрузки, скачкообразного приращения h и медленного роста h при $P = \text{const}$ (ползучесть). Интересно отметить, что скачки деформации в ряде материалов происходят не только на стадии нагружения, но и при выдержке под максимальной нагрузкой и даже при разгрузке (рис. 2, *f*). Несмотря на то что индентор Берковича номинируется как остроконечная трехгранная пирамида (с углом в вершине 130.6°), кончик реального индентора в первом приближении можно считать сферическим с эффективным радиусом R . По данным независимых измерений используемый нами индентор имел $R = 220 \text{ nm}$. Таким

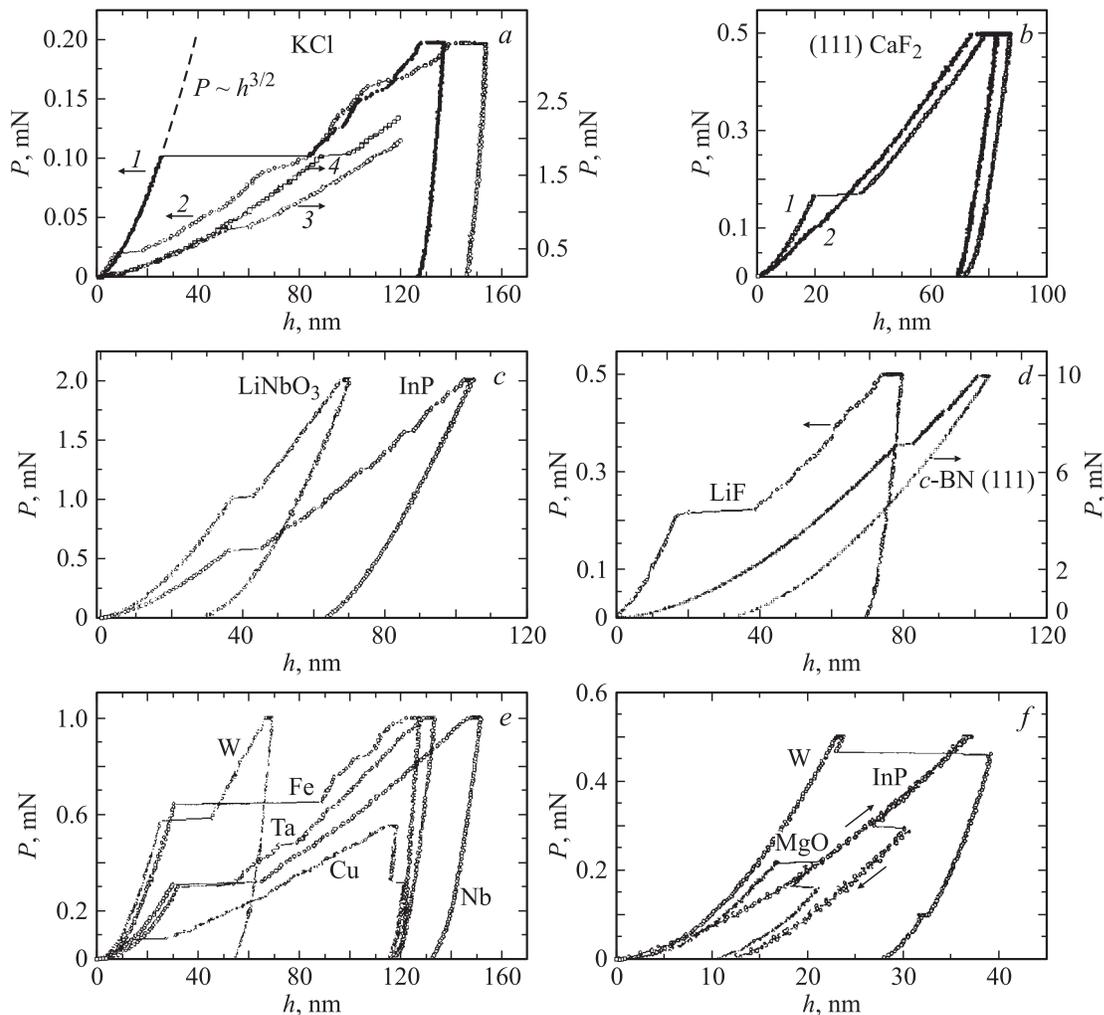


Рис. 2. Скачкообразная деформация на пределе текучести при наноиндентировании монокристаллов KCl (*a*) с различным содержанием примеси CaCl₂ (1 — 0.01 wt.%, 2 — 0.3 wt.%) и при разных скоростях деформирования ($\dot{\epsilon}$, s⁻¹: 1, 2 — 2, 3 — $1.2 \cdot 10^5$, 4 — $1.7 \cdot 10^5$), монокристаллов CaF₂ (*b*) (1 — поверхность скола, 2 — поверхность после механической полировки), монокристаллов InP и LiNbO₃ (*c*), кубического нитрида бора и фторида лития (*d*), металлов различной твердости (*e*). Скачки возможны не только при нагружении, но и при разгрузке отпечатка (*f*).

образом, при глубинах до нескольких десятков нм испытание осуществлялось внедрением сферы, а не треугольной пирамиды. В соответствии с этим рост нагрузки с глубиной происходил по закону Герца $P \sim h^{3/2}$, как при упругом взаимодействии твердого шарика с поверхностью (рис. 2, *a*). Разгрузка до скачка деформации в большинстве случаев приводила к полностью обратимому, т. е. к чисто упругому поведению материала (рис. 3, *a*). Некоторые материалы обнаруживали весьма необычную необратимость деформации на начальной стадии внедрения индентора (рис. 3, *b*). Учитывая ряд ее особенностей, можно предположить, что она обусловлена генерацией и движением неравновесных точечных дефектов.

Отклонения от закона Герца могли происходить двумя путями: либо кривая нагружения, начиная с некоторых нагрузок, шла ниже герцевской, либо наблюдался скачкообразный прирост h при $P = \text{const}$ (наноиндентометр

является „мягкой“ испытательной машиной, поддерживающей заданную силу). В последнем случае фактически возникла локальная потеря устойчивости, аналогичная „зубу текучести“ на диаграммах нагружения некоторых материалов при одноосном растяжении/сжатии в „жесткой“ испытательной машине. Критическая нагрузка P_c и амплитуда скачка Δh зависели от многих обстоятельств: способа подготовки поверхности, степени легирования, плотности дислокаций, скорости нагружения, уровня виброшумов в лаборатории и т.д. Так, например, поверхности, полученные скалыванием или подготовленные химическим травлением, демонстрируют гораздо большую склонность к скачкам, чем обработанные механически (шлифовка, полировка), и выдерживают гораздо большую нагрузку до начала пластического течения (рис. 2, *b*). На нешлифованных поверхностях скачкообразное деформирование наблюдалось даже на таких мягких и плавно деформирующихся в обычных

условиях материалах, как монокристаллы KCl, Cu, Fe и др. (рис. 2). Рост концентрации двухвалентного Ca в KCl от 0.01 до 0.3 wt.% приводил к увеличению P_c в 4 раза (рис. 2, *a*), в то время как твердость в области $h \geq 100$ nm увеличивалась менее чем на 20% (с 0.24 до 0.28 GPa). С ростом P_c нарастала и амплитуда скачка. Интересно отметить, что средние напряжения в контактном пятне перед скачком (фактически, предел текучести в нанообъеме) даже в этих мягких материалах приближались к $0.1E$, т.е. к теоретическому пределу прочности, в то время как макроскопический предел текучести этих материалов в десятки–сотни раз ниже! Другими словами, в условиях наноконтакта несущая способность материала может во много раз превышать его макроскопический предел текучести. Это положительно сказывается на стойкости наноинструмента, но создает трудности при обработке и локальном пластическом деформировании подложек в различных нанотехнологиях [11].

Среди всех возможных причин образования крупных скачков при малых нагрузках ($P \leq 1$ mN) по совокупности различных признаков наиболее вероятным было зарождение и движение дислокаций. Рассмотрим подробнее условия образования дислокационных петель под индентором на начальной стадии его погружения, когда его кончик можно считать сферическим. В различных плоскостях, в которых могут зарождаться дислокационные петли под индентором, действуют касательные напряжения [12], максимум которых $\tau_{\max} = 0.31p_{\max}$,

где $p_{\max} = (6E^*P/\pi^3R^2)^{1/3}$ — максимальное контактное давление в отпечатке, $E^* = (1/E_m + 1/E_i)^{-1}$, E_m и E_i — модули Юнга исследуемого материала и индентора соответственно. Заметим, что твердость по Мейеру $H = (2/3)p_{\max}$. Из энергетических соображений [13] следует, что для гомогенного зарождения дислокационной петли необходимы сдвиговые напряжения $\tau \geq \frac{Gb}{r_c}$, поэтому

$$r_c \geq \frac{Gb}{0.31} \left(\frac{\pi^3 R^2}{6E^*P} \right)^{1/3}, \quad (1)$$

где G — модуль сдвига, b — вектор Бюргерса, r_c — критический радиус зародышевой дислокационной петли. Вместе с тем в поле сильно неоднородных напряжений должно быть выполнено „геометрическое условие“: размер области r' , в которой существуют достаточные для зарождения петли напряжения, должен быть не меньше радиуса критической петли r_c . Принимая $r' = Ka$ (где радиус контактной области $a = (\pi R/2E^*)(6E^*P/\pi^3R^2)^{1/3}$, $K \approx 1$), получим

$$r_c = \frac{K\pi R}{2E^*} \left(\frac{6E^*P}{\pi^3 R^2} \right)^{1/3}. \quad (2)$$

Приравнявая (1) и (2), найдем критическое значение P_c

$$P_c = \left(\frac{2E^*b}{K\pi R} \right)^{3/2} \frac{\pi^3 R^2}{6E^*} = 2.56E^*(b/K)^{3/2}R^{1/2}. \quad (3)$$

Экспериментальная зависимость P_c от $E^*b^{3/2}R^{1/2}$ для ряда исследованных материалов [14] находится в качественном согласии с выражением (3), т.е. с моделью гомогенного зарождения дислокаций в нанообъемах. Величина скачка Δh позволяет оценить число образовавшихся петель как $N \approx \Delta h/b \approx 10-50$ для разных материалов, что вполне разумно. В реальном кристалле с не идеально плоской поверхностью, индентируемом не абсолютно правильной сферой, найдутся концентраторы напряжений, способные понизить P_c . Однако при нанометровых размерах области нагружения вероятность иметь такой концентратор не слишком высока. Это видно, во-первых, из качественного согласия результатов с моделью гомогенного зарождения, а во-вторых, из того, что даже тонкая механическая полировка устраняет скачки и делает кривую деформирования гладкой, но лежащей ниже герцевской почти с самого начала (рис. 2, *b*).

Итак, начальная стадия наноиндентирования имеет чисто упругий характер даже в пластичных материалах, в результате чего контактные напряжения перед скачкообразным переходом к пластическому течению достигают величин $\tau_{\max} \approx 0.05-0.1$ G, сопоставимых с теоретическим пределом прочности. Поскольку многие современные элементы нанотехнологических устройств работают в условиях динамического наноконтактного взаимодействия (например, зонды сканирующих атомно-силовых микроскопов), необходимо учитывать возможность значительного роста несущей способности материала в этих обстоятельствах.

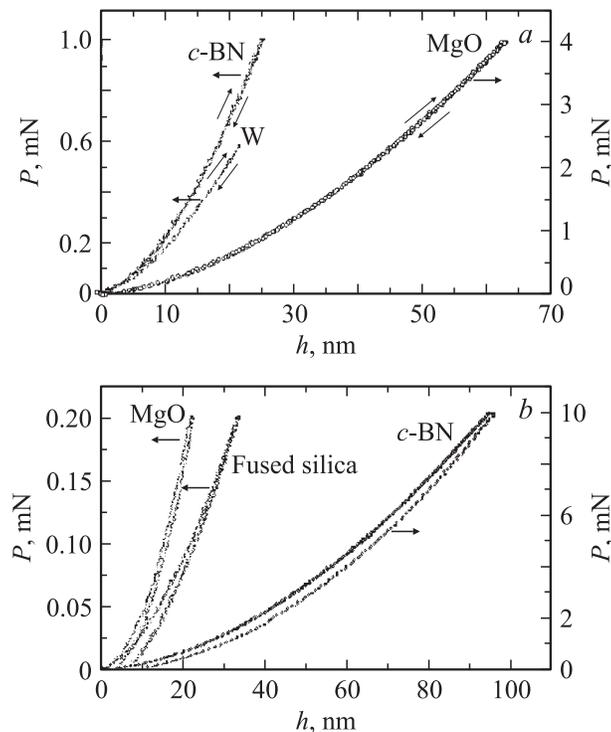


Рис. 3. Полностью упругая разгрузка (*a*) и почти полностью обратимая разгрузка (*b*) в одних и тех же материалах при разных нагрузках. Предположительно необычная пластическая деформация в случае (*b*) обусловлена точечными дефектами.

В ряде работ [15,16] описана техника преобразования данных $P-h$ -диаграммы для сталей и даже очень хрупких материалов, пластически не деформирующихся при одноосных макроиспытаниях, в более традиционные координаты $\sigma-\epsilon$. При корректном учете масштабного фактора такие методы позволяют частично или полностью заменить трудоемкие разовые испытания материалов в обычных макромашинах. В [17] показано, что ряд характеристик ползучести металлических материалов также может быть получен методом локального нагружения постоянной нагрузкой с непрерывной регистрацией кинетики погружения зонда.

Анализ „плавных“ участков диаграммы $\sigma-\epsilon$ на начальной стадии упругопластического деформирования, проведенный в [18] с использованием формулы С.Н. Журкова $\dot{\epsilon} = \epsilon_0 \exp[-(U_0 - \gamma\sigma)/kT]$, позволяет определить активационные параметры процесса течения: энергию активации U_0 и активационный объем γ . В частности, в [19] были оценены величины γ , характеризующие тип носителя и механизм анализируемого явления переноса. Для всех без исключения исследованных материалов величина γ оказалась на начальных стадиях быстрого индентирования одного порядка с атомным объемом, лишь на более поздних стадиях и больших глубинах она становилась равной десяткам–сотням атомных объемов [20,21]. Это однозначно свидетельствует о значительной роли точечных дефектов и их малоатомных кластеров в массопереносе на начальных стадиях быстрого погружения индентора и инициировании дислокационных механизмов течения на последующих стадиях.

4. Неустойчивость пластического течения в процессе локального нагружения

Локальное деформирование в упругопластической области зачастую сопровождается различными видами неустойчивости. Типичные примеры „прерывистого“ течения (serrated flow) представляют алюминий-магниевого сплавы, хорошо изученные с этой точки зрения при одноосном деформировании. Это обстоятельство дает дополнительную возможность сравнить особенности поведения одного и того же материала в макро- и в субмикророботах. Регулярные неустойчивости течения в деформационно-стареющих сплавах (например, в Al-Mg) известны как эффект Портевена–Ле-Шателье (ПЛШ). Он объясняется коллективными процессами в системе подвижных дислокаций, периодически блокируемых атмосферами из легкоподвижных атомов примеси. Помимо принципиального интереса, заключающегося в выяснении роли точечных дефектов в эффектах самоорганизации движения дислокаций, эффект ПЛШ важен и для многих практических приложений. Так, в ряде случаев скачкообразный характер пластического течения исключает возможность применения высокотехно-

логических алюминий-магниевого сплавов в производстве деталей автомобилей, самолетов, разовой упаковки и т.д., поскольку возникающая при этом шероховатость поверхности делает изделие фактически непригодным к эксплуатации.

В [22] показано, что при непрерывном индентировании сплавов Al-Mg в определенных условиях возникает неустойчивое пластическое течение с характерной ступенчатой формой $P-h$ -диаграммы, которое можно интерпретировать как проявление эффекта ПЛШ в условиях локального пластического деформирования микрообъема. Нагружение линейно нарастающей силой $P = \mu t$ позволило установить наличие двух типов неустойчивости (типичная $P-h$ -диаграмма, полученная при скорости нагружения $\mu = 12.5 \text{ mN/s}$, представлена на рис. 4). На первой стадии погружения, где глубина h меняется от нуля до некоторой условной критической глубины h_c , неустойчивость пластического течения отличается хаотичностью динамики. При не очень больших величинах μ этот тип неустойчивости с увеличением h затухает и замещается другим (регулярным). Он проявляется в виде ступенек с нарастающими по величине скачками глубины Δh и силы ΔP по мере погружения индентора: $\Delta P = \gamma P$ и $\Delta h = 0.5\gamma h$, где $\gamma = \Delta H/H$ — постоянная величина ($\gamma \approx 0.05$ для сплава Al-3 wt.% Mg). Нагружение экспоненциально нарастающей нагрузкой выявляет регулярность скачков деформации второго типа особенно отчетливо [23] и позволяет производить статистический, автокорреляционный и другие виды анализа процесса их формирования. Условия возникновения этого вида неустойчивости связаны со значениями

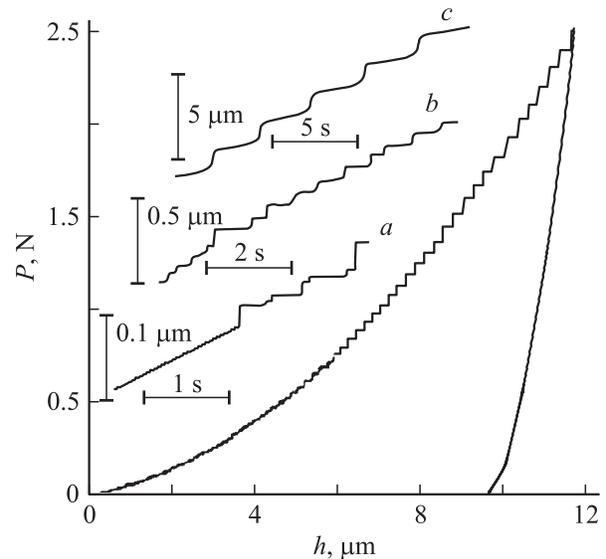


Рис. 4. Типичная $P-h$ -диаграмма, полученная при индентировании сплава Al-3 wt.% Mg при линейном нарастании силы со скоростью 12.5 mN/s . На вставках приведены типичные кинетические кривые погружения индентора $h(t)$: *a* — начальная стадия внедрения (нерегулярные скачки), *b* — промежуточная стадия, *c* — стадия регулярных скачков деформации.

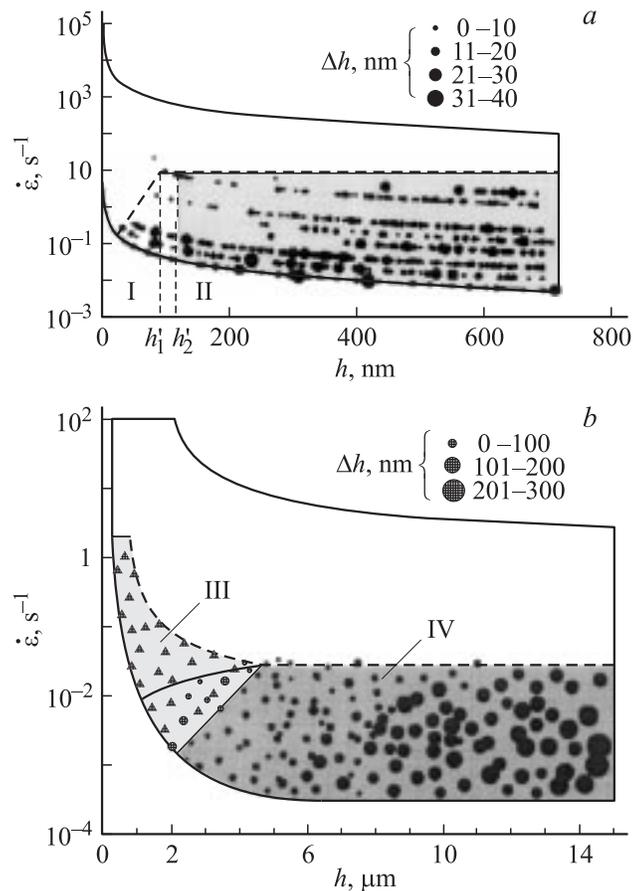


Рис. 5. Область появления скачков на диаграмме $P(h)$ при различных скоростях динамического наноиндентирования симметричным треугольным импульсом нагрузки (показана точками) объемных аморфных сплавов (а) и сплавов Al-Mg (b). Протестированная область, ограниченная возможностями установки, показана сплошными линиями, h — глубина отпечатка, $\dot{\epsilon}$ — скорость относительной деформации, h'_1 и h'_2 — глубины перехода между монотонным и скачкообразным течением при индентировании объемных аморфных металлических сплавов $Zr_{46.8}Ti_8Cu_{7.5}Ni_{10}Be_{27.5}$ и $Pd_{40}Cu_{30}Ni_{10}P_{20}$. Область появления скачков на сплаве $Zr_{46.8}Ti_8Cu_{7.5}Ni_{10}Be_{27.5}$ показана серым. I, II — масштабно-зависимая и масштабно-независимая области появления скачков, III, IV — области нерегулярных и регулярных скачков деформации.

критических параметров, определяющих нижнюю границу области ее существования $P_c = \alpha\mu$ и $h_c = \beta\mu^{1/2}$, где $\alpha \approx 10 \text{ s}$ и $\beta \approx 0.5 \mu\text{m}(\text{s/mN})^{1/2}$ [24]. Как видно из рис. 5, обобщающим критическим параметром неустойчивости регулярного вида является величина скорости относительной деформации $\dot{\epsilon}_c = 0.05 \text{ s}^{-1}$. Особенности механической и термической обработки образца мало влияли на численное значение $\dot{\epsilon}_c$. Данные, полученные для нестабильностей первого типа, находятся в соответствии с механизмом образования и эволюции полос скольжения, а для нестабильностей второго типа — с теорией деформационного упрочнения неупорядоченных сплавов.

Исследование кривых нагружения $h(t)$ с помощью вейвлет-анализа позволило выявить еще один вид неустойчивости, который проявляется в течение всего процесса деформирования в виде скачков с амплитудой около 1–2% от достигнутой глубины h . Из-за малой амплитуды она маскируется большей по величине неустойчивостью регулярного вида и не выявляется другими методами. Обработка большого массива данных позволила выявить существования скачков разных типов и на псев-

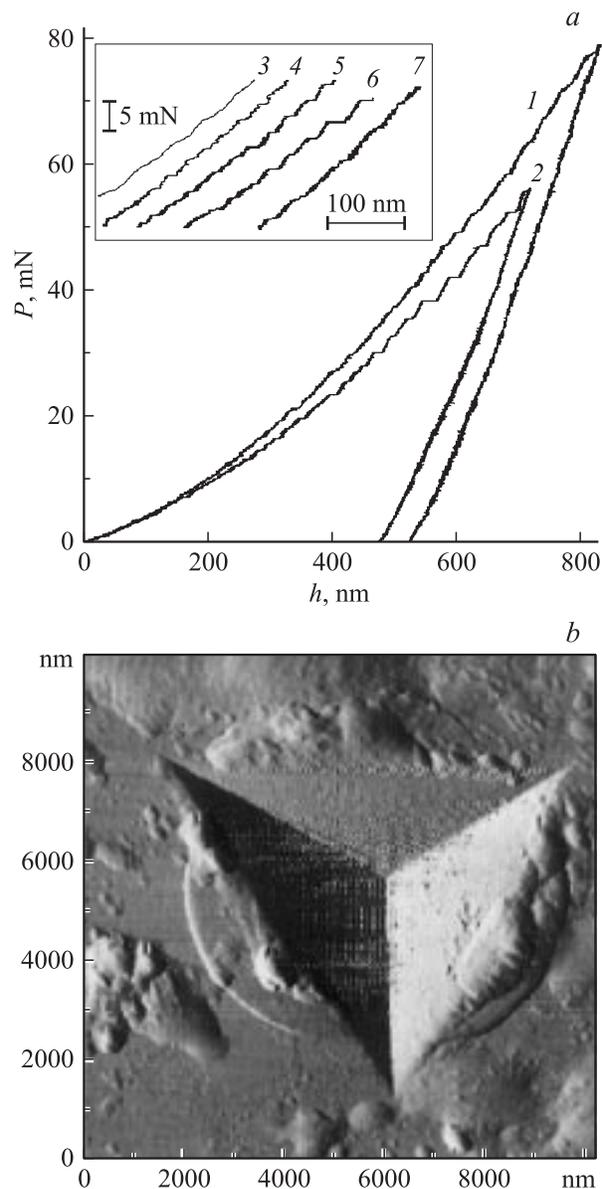


Рис. 6. а) Неустойчивость деформации при индентировании объемных аморфных сплавов $Zr_{46.8}Ti_8Cu_{7.5}Ni_{10}Be_{27.5}$ (1) и $Pd_{40}Cu_{30}Ni_{10}P_{20}$ (2). На вставке показаны фрагменты диаграмм нагружения для различных скоростей изменения нагрузки ($\text{mN} \cdot \text{s}^{-1}$): в $Pd_{40}Cu_{30}Ni_{10}P_{20}$ (3 — 1120, 4 — 56, 5 — 1.12, 6 — 0.56) и $Zr_{46.8}Ti_8Cu_{7.5}Ni_{10}Be_{27.5}$ (7 — 0.80). б) Атомно-силовое изображение отпечатка в $Zr_{46.8}Ti_8Cu_{7.5}Ni_{10}Be_{27.5}$ со следами выноса материала на поверхность локализованными полосами сдвига.

дофазовой диаграмме $h-\dot{\epsilon}$ (рис. 5, *b*). Из нее следует, что при $h < 2-3 \mu\text{m}$ начинает проявляться масштабный эффект, а при $h > 4-5 \mu\text{m}$ критические значения $\dot{\epsilon}_c$ (для начала скачкообразного течения) не отличаются от макроскопических, несмотря на все различия локального и однородного нагружений. Последнее обстоятельство дает возможность заменить дорогостоящие макроиспытания наноиндентированием (по крайней мере, для определения безопасных режимов деформирования, не приводящих к прерывистому течению).

Особенности $P-h$ -диаграммы, качественно похожие на описанные выше для сплавов Al-Mg, наблюдались и при тестировании объемных аморфных сплавов $\text{Pd}_{40}\text{Cu}_{30}\text{Ni}_{10}\text{P}_{20}$ и $\text{Zr}_{46.8}\text{Ti}_8\text{Cu}_{7.5}\text{Ni}_{10}\text{Be}_{27.5}$ (рис. 6, *a*). В этих сплавах не наблюдалось скачков регулярного типа [25–27]. Реальную продолжительность скачков не удалось измерить, несмотря на рекордное быстрое действие нашей аппаратуры (т.е. они происходили намного быстрее времени дискретизации отсчетов $\tau_d = 50 \mu\text{s}$). С учетом средней амплитуды скачков ($\Delta h_m \approx 20 \text{ nm}$ для $\text{Pd}_{40}\text{Cu}_{30}\text{Ni}_{10}\text{P}_{20}$ и $\Delta h_m \sim 10 \text{ nm}$ для $\text{Zr}_{46.8}\text{Ti}_8\text{Cu}_{7.5}\text{Ni}_{10}\text{Be}_{27.5}$) это позволяет оценить нижний предел средней скорости движения поверхности отпечатка в процессе скачкообразной деформации $\langle v \rangle = \Delta h_m / \tau_d = 10^{-3} \text{ m/s}$. Реальная скорость, по видимому, была много выше этой пороговой оценки. В то же время со стороны высоких значений $\dot{\epsilon}$ для обоих сплавов наблюдается четко выраженная граница между устойчивой и неустойчивой модами пластического течения (рис. 5, *b*). При $h > 100 \text{ nm}$ $\dot{\epsilon}_c \approx 10 \text{ s}^{-1}$, что почти на два порядка величины выше, чем в сплавах Al-Mg. Очевидно, такая разница является следствием различия механизмов неустойчивого пластического течения в этих двух случаях.

Исследование методами атомно-силовой микроскопии самого отпечатка и области вокруг него показало, что наблюдаемые при наноиндентировании скачки могут быть обусловлены локализацией деформации в полосах сдвига (рис. 6, *b*).

5. Фазовые переходы при локальном деформировании

На начальных стадиях внедрения индентора в отпечатке развивается давление порядка 0.1 модуля Юнга (см. раздел 3), что может вызвать в некоторых материалах фазовые превращения (ФП). В отличие от обычных аппаратов высокого давления, в которых реализуется гидростатическое сжатие, при погружении индентора в материал возникает сложнапряженное состояние. В отпечатке развиваются как высокие сжимающие, так и сдвиговые напряжения, причем относительная величина сдвиговых напряжений выше, чем при одноосном сжатии. Это может существенно повлиять на параметры ФП или даже вызвать такие ФП, которые не наблюдаются

при чистом гидростатическом сжатии. Например, давление мартенситного превращения ромбоэдрического нитрида бора в кубическую фазу уменьшается с 55 GPa при гидростатическом сжатии до 5.6 GPa при одноосном сжатии [28].

Для большинства материалов давление ФП намного выше напряжения начала пластической деформации, и поэтому ФП в отпечатке во время наноиндентирования не происходят. Однако для некоторых твердых тел структурный коллапс может произойти до начала пластического течения. С ростом скорости нагружения критическое давление перехода от упругого к упругопластическому деформированию может значительно увеличиться, что повышает вероятность образования новых фаз и расширяет круг материалов, в которых могут наблюдаться ФП при наноиндентировании. В настоящее время надежно установлено наличие ФП при внедрении индентора в некоторые полупроводники и другие материалы с высоким пределом текучести (в частности, в кремний). Об образовании фаз высокого давления в Si свидетельствует рост электросопротивления в отпечатке на несколько порядков величины [29], экструзия пластичной фазы высокого давления из отпечатка [30], данные по дифракции электронов, электронной микроскопии и микрорамановской спектроскопии [31]. ФП под отпечатком в кремнии легко выявляются на $P-h$ -диаграммах [32]. При $P_{\text{max}} < 20 \text{ mN}$ на кривой разгрузки наблюдается образование специфического „колена“, а при $P_{\text{max}} > 20 \text{ mN}$ — „ступеньки“. В первом случае микрорамановская спектроскопия выявляет только аморфный кремний, а во втором — метастабильные фазы Si-III и Si-XII [33]. Иногда на кривой разгрузки наблюдается „колено“ с последующей „ступенькой“. В этом случае микрорамановская спектроскопия выявляет в отпечатке как аморфный кремний, так и смесь метастабильных фаз Si-III и Si-XII.

Следует иметь в виду, что контактное давление в отпечатке возрастает только на небольшом начальном отрезке кривой нагружения (рис. 1). Далее оно практически не меняется в процессе непрерывного вдавливания индентора и зависит только от угла при его вершине. Если отпечаток нагрузить повторно с предельной нагрузкой, несколько большей (на 15–25%), чем в предыдущем цикле нагружения, то деформация носит преимущественно упругий характер; контактное давление в нем нарастает практически от нуля до верхнего предела, ограниченного твердостью.

При повторном нагружении материалов, не испытывающих ФП при внедрении индентора (рис. 7, *a*), образуются узкие петли гистерезиса, вызванные неизбежными потерями упругой энергии. Какие-либо особенности („ступенька“, „колено“) на кривых разгрузки и повторного нагружения в таком случае, как правило, отсутствуют. Такое поведение при наноиндентировании является типичным для подавляющего большинства кристаллических материалов. Для стекол и полимеров

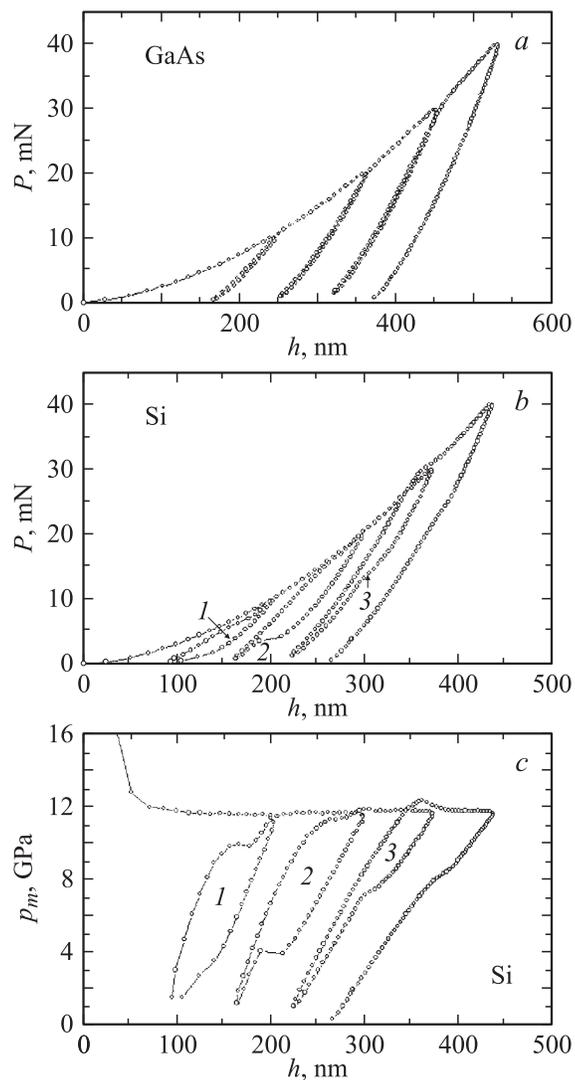


Рис. 7. Зависимость смещения индентора от нагрузки при многоцикловом нагружении арсенида галлия, не испытывающего фазовых превращений при вдавлении индентора (а), кремния, в котором происходят полиморфные превращения (b) (1 — аморфный α -Si, 2 — смесь Si-III и Si-XII, 3 — смесь α -Si + Si-III + Si-XII). c — зависимость среднего контактного давления от глубины отпечатка в кремнии при изменении скорости нагружения, $\text{mN} \cdot \text{s}^{-1}$: 1 — 2, 2 — 2.5, 3 — 3.

при повторном нагружении отпечатка наблюдается образование петель гистерезиса большой площади, что обусловлено вязкоупругостью этих материалов. При твердофазных полиморфных превращениях образование широких петель гистерезиса, „ступенек“ на кривых разгрузки и повторного нагружения вызвано изменением плотности материала (рис. 7, b). В кремнии оно может достигать ~ 22 – 25% [33], тогда как в большинстве других материалов эта величина существенно меньше. Например, в керамиках на основе диоксида циркония она не превосходит 4–5%. Соответственно и амплитуда скачков деформации при ФП в кремнии намного больше,

чем в ZrO_2 . В этих керамиках не наблюдается скачка деформации на диаграмме однократного нагружения, но появляется гистерезис с характерными признаками ФП в циклах повторного нагружения, и рамановская спектроскопия подтверждает его связь с мартенситным превращением исходной метастабильной тетрагональной структуры ZrO_2 в стабильную моноклинную [34]. Скачки деформации, обусловленные ФП, позволяют оценить величину контактного давления, вызывающего этот переход. Развивая метод исследования фазовых переходов в субмикрообъемах по форме и размерам (ширина на половине высоты и площадь сечения) гистерезисных петель при многоцикловом нагружении отпечатка, мы обнаружили ФП не только в ковалентных кристаллах (Si, Ge), но и в ионно-ковалентных (CaF_2), квазикристаллах (YMgZn), интерметаллидах (TiNi).

Конкуренция между развивающейся пластичностью и ФП, индуцируемым контактным давлением, может быть причиной нестабильной деформации в субмикрообъемах, что способно существенно повлиять на эксплуатационные характеристики материала. Это обстоятельство приобретает особо важное значение при ультраплотной наномеханической записи информации, тонкой механической обработке, в механохимических реакциях, трибологических и других процессах, связанных с быстротекающим контактным взаимодействием. Между тем, только фазовый полиморфизм в кремнии при контактном нагружении исследован достаточно детально и систематично [33]. Влияние кинетических и масштабных факторов на протекание полиморфных превращений слабо исследовано даже для кремния.

В [31] было показано, что фазовый состав в отпечатке зависит от скорости снижения нагрузки (рис. 7, c). При быстрой разгрузке в отпечатке выявляется аморфный α -Si. При медленном уменьшении силы вдавливания в отпечатке образуется смесь двух кристаллических метастабильных фаз — Si-XII + Si-III, причем при уменьшении скорости разгрузки количество Si-III увеличивается [33]. Вызвано это тем, что при снижении давления в отпечатке металлический кремний Si-II сначала превращается в метастабильную фазу Si-XII. При дальнейшем снижении давления фаза Si-XII превращается в Si-III. Наличие высоких остаточных напряжений в отпечатке препятствует завершению превращения Si-XII в Si-III после полной разгрузки индентора.

Поскольку все имеющиеся в литературе данные [30–34] получены в квазистационарных условиях нагружения с временным разрешением порядка 0.1 s, представлялось целесообразным исследовать поведение различных материалов с более высоким временным разрешением ($\Delta t = 50 \mu\text{s}$) в пятнах контакта, время жизни которых составляло от 20 ms до 100 s. Для индуцируемого контактным давлением мартенситного превращения в керамиках на основе диоксида циркония с частично стабилизированной (PSZ) и полностью стабилизированной тетрагональной структурой (TZP) мы получили, что с ростом dP/dt возрастает и напряжение, необходимое

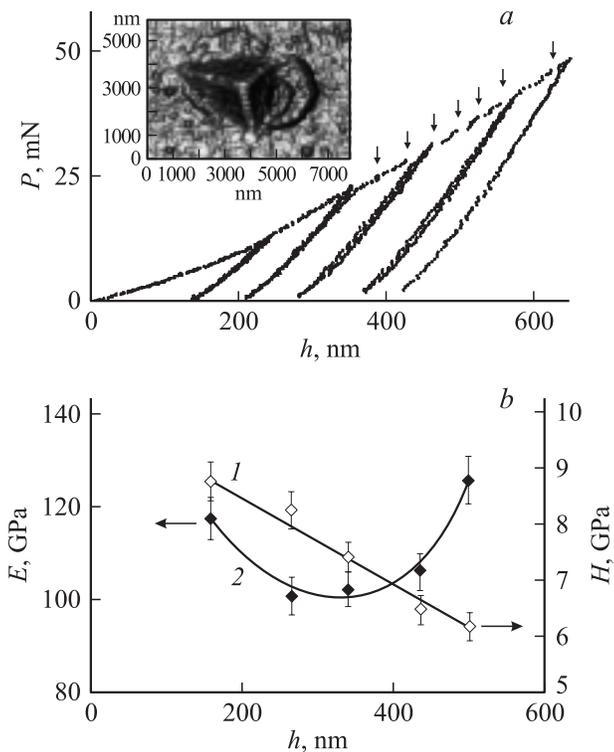


Рис. 8. Неустойчивая деформация при многоцикловом нагружении квазикристалла Y-Mg-Zn, обусловленная локализацией деформации в полосах сдвига (стрелки указывают на скачки деформации) и структурной трансформацией внутри полос (а), и изменение твердости H (1) и приведенного модуля упругости E (2) по мере формирования кристаллической структуры в полосах сдвига (b). На вставке — вынос материала из отпечатка на поверхность в полосах сдвига с одновременной экструзией в результате фазового перехода в нанокристаллическое состояние.

для образования мартенсита в обоих видах керамики. В наших исследованиях время, достаточное для полного перехода от тетрагональной к моноклинной фазе, составляло всего лишь единицы секунд. В макроиспытаниях аналогичного материала (Y-TZP) (по данным рассеяния нейтронов и рентгеновских лучей) на это требуются сотни секунд [35]. Такое существенное различие может быть вызвано рядом причин: влиянием межзеренных границ на скорость роста мартенситной фазы в исходной тетрагональной матрице, влиянием сдвиговых напряжений, наличием областей, где контактные давления значительно превышают средние (например, на ребрах пирамиды и ее вершине), и др. [36].

Помимо скорости нагружения существенное влияние на параметры ФП в субмикророботах оказывает масштабный фактор. Например, в циркониевых керамиках как с частичной, так и полной стабилизацией структуры давление, индуцирующее мартенситный переход, возрастает с уменьшением размера отпечатка.

В некоторых случаях ФП в субмикророботах могут протекать параллельно с другими проявлениями

нестабильной деформации. Методами атомно-силовой и электронной микроскопии Суреш с соавторами [37] получили прямые экспериментальные свидетельства того, что при наноиндентировании объемных аморфных металлических сплавов в образующихся локализованных полосах сдвига и вокруг них формируется такая же нанокристаллическая структура, как и при отжиге этих материалов без деформирования при температуре $T = 783$ К. В наших экспериментах при наноиндентировании квазикристалла $Y_{10}Mg_{30}Zn_{60}$ на диаграмме нагружения отчетливо прослеживались области как стабильной монотонной, так и нестабильной скачкообразной деформации. Поскольку внутренняя структура аморфных металлических сплавов и квазикристаллов во многом сходна, можно полагать, что нестабильность деформации и в этом случае вызвана генерацией локализованных полос сдвига. Однако гистерезис при повторном нагружении отпечатка появляется только после достижения глубины отпечатка, характерной для начала нестабильной деформации (рис. 8, а). Наряду с этим при глубине отпечатка h_i , соответствующей образованию первой „ступеньки“ на $P-h$ -диаграмме, имело место резкое изменение коэффициента скоростной чувствительности твердости и активационного объема γ . Очевидная тенденция увеличения γ с ростом глубины отпечатка свидетельствует о возрастании роли коллективных процессов и степени упорядочения системы, что, в частности, может быть прямым следствием формирования нанокристаллической фазы. Наконец, твердость H в кристаллической фазе должна быть меньше, так как становится возможным дислокационный механизм пластической деформации, а модуль Юнга E — выше, так как кристаллическая фаза более упорядочена. Эксперимент подтверждает оба эти предположения (рис. 8, b). Таким образом, в квазикристаллах, так же как и в аморфных сплавах [38], в полосах сдвига возможна структурная перестройка с образованием кристаллической фазы.

Подводя итог этого раздела, отметим, что ФП в условиях наноконтактного взаимодействия могут происходить при давлениях, гораздо меньших, чем при одноосных испытаниях и тем более при гидростатическом сжатии, и с гораздо большей скоростью. Высокие внутренние напряжения, остающиеся в окрестностях зоны наноконтакта, способствуют сохранению фаз высокого давления в метастабильном состоянии. Другими словами, роль ФП в деформационном поведении материалов в наноконтактах, особенно динамических, может быть значительно более существенной, чем при макроиспытаниях.

6. Вязкоупругое последствие

Разработка матриц высокоплотной записи информации методом динамического локального деформирования поверхности носителя, а также других наномеханических устройств предполагает детальное знание

механического поведения материалов не только под нагрузкой, но и после ее снятия. В частности, величина и кинетика вязкоупругого восстановления геометрии отпечатка при разгрузке, совершенно не изученная в условиях кратковременного локального нагружения, могут лимитировать быстродействие и надежность подобных устройств записи и считывания информации. Кроме того, динамические реакции в наноконтактах определяют разнообразные характеристики микрошероховатых поверхностей, в том числе параметры сухого трения, абразивного износа и т.д.

Инструментальное наноиндентирование с его высоким пространственным и временным разрешением позволяет моделировать описанные выше ситуации в хорошо контролируемых условиях как на стадии погружения, так и на стадии упругого и вязкоупругого восстановления отпечатка после разгрузки [9,10]. В качестве исследуемых материалов были выбраны полиметилметакрилат (ПММА), керамики на основе ZrO_2 , монокристаллические LiF и Ge, поликристаллические Al и Cu, сплав Вуда (Bi — 50 wt.%, Pb — 25 wt.%, Sn — 12.5 wt.%, Cd — 12.5 wt.%) и сплав Розе (Bi — 50 wt.%, Pb — 28 wt.%, Sn — 22 wt.%), представляющие основные группы твердых тел по величинам твердости, природе сил связи и микромеханизмам пластической деформации. Все измерения проводились при температуре 296 К с использованием оригинального наноиндентометра ТГУ. В первой серии опытов индентор Берковича внедрялся в поверхность под действием треугольного импульса силы с различными значениями амплитуды P_{max} (от 4 до 235 мН), чтобы при временах нарастания силы $\tau_1 = 10$ с и ее спада $\tau_2 = 200$ мс в различных материалах достигалась одна и та же максимальная динамическая глубина отпечатка $h_{max} = 650$ нм. Для сохранения надежного контакта индентора с материалом после снятия основной нагрузки она поддерживалась на уровне нескольких процентов от P_{max} . В этом режиме нанотестер работал как измеритель глубины отпечатка, изменяющейся со временем под действием релаксационных процессов.

Нормированные на h_{max} величины упругого Δh_e (реально за него принимали восстановление, происшедшее за время разгрузки, т.е. $\tau_2 = 200$ мс), вязкоупругого Δh_{v-e} , происшедшего в течение $\tau_3 = 25$ с после полного разгрузки, а также полного восстановления Δh за время $\tau = \tau_2 + \tau_3$ для разных материалов приведены на рис. 9. Обнаружено, что при фиксированном значении $h_{max} = 650$ нм величина $\beta = \Delta h_e/h_{max}$ достигала в Ge, керамике на основе ZrO_2 и ПММА 50–55%, а в остальных материалах она не превышала 18%. Относительная доля вязкоупругого восстановления $\gamma = \Delta h_{v-e}/h_{max}$ во всех исследованных материалах имела достаточно высокое значение: от 5% в Al до 28% в сплаве Вуда (что даже превышает аналогичную величину в ПММА). Была обнаружена значительная чувствительность Δh , Δh_e и Δh_{v-e} к масштабному фактору, особенно в области глубин $50 \text{ нм} < h_{max} < 1 \mu\text{м}$. В этом интервале

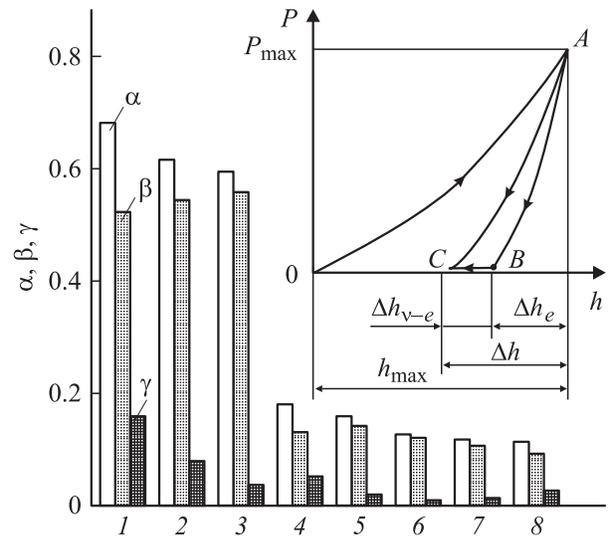


Рис. 9. Соотношение между полным ($\alpha = \Delta h/h_{max}$), упругим ($\beta = \Delta h_e/h_{max}$) и вязкоупругим ($\gamma = \Delta h_{v-e}/h_{max}$) восстановлением глубины наноконтакта в различных материалах. 1 — ПММА, 2 — ZrO_2 , 3 — Ge, 4 — сплав Вуда, 5 — LiF, 6 — Al, 7 — Cu, 8 — сплав Розе. На вставке схематически показана P – h -диаграмма для медленной (кривая OAC) и быстрой (кривая OABC) разгрузки.

с уменьшением h_{max} величина упругого восстановления в металлах, ионных и ковалентных кристаллах (восстановление в которых носит в основном упругий характер) возрастала в 2 раза и более. В материалах с $\beta > \gamma$ наиболее чувствительной к изменению глубины оказалась величина Δh_e , тогда как в твердых телах, для которых $\beta \approx \gamma$ (ПММА и сплав Розе), переход в область малых h оказал значительное влияние на Δh_{v-e} . С уменьшением h все более возрастает доля упругого и убывает доля вязкоупругого восстановления, что характерно для всех исследованных твердых тел. Этот эффект, возможно, обусловлен тем, что с переходом в область малых h часть вязкоупругих механизмов восстановления блокируется (что и дает рост доли Δh_e). Возрастание величины γ в области $h < 200$ нм в ряде материалов можно объяснить как особенностями их поверхностных свойств, так и включением специфических механизмов структурной релаксации, которые при больших глубинах индентирования вытесняются традиционными. В частности, для ионных и ковалентных кристаллов с уменьшением P_{max} и h_{max} роль точечных дефектов растет, а роль дислокаций уменьшается [19–21].

Для всех исследованных материалов полное восстановление зависело от скорости нарастания нагрузки в стадии нагружения $\mu = dP/dt$. С увеличением μ от 2 мН/с до 1 Н/с отношение $\alpha = \Delta h/h_{max}$ возрастало на величину, колеблющуюся в различных материалах от 15 до 40%. Причем, если в Ge достаточно большая величина полного восстановления объясняется наличием значительной доли упругой компоненты (до 90%),

то в сплаве Вуда величины упругого и вязкоупругого восстановления были одного порядка, а при малых скоростях нагружения величина Δh_{v-e} даже превышала Δh_e . С возрастанием μ в указанных выше пределах доля Δh_{v-e} в полном восстановлении уменьшалась от 1.5 раз в ПММА до 2 раз в Ge. Следует иметь в виду, что чем меньше скорость разгрузки и ниже временное разрешение аппаратуры, тем большая часть времязависимого вязкоупругого восстановления будет восприниматься наблюдателем как упругое. Возможно, для некоторых материалов даже наши относительно высокие скорости разгрузки и съема данных ($50 \mu\text{s}$ между отдельными измерениями) были недостаточными для исключения подобной погрешности в полной мере.

Таким образом, методом динамического наноиндентирования установлено соотношение упругой и вязкоупругой компонент восстановления формы твердых тел различной природы после пластического деформирования, получены зависимости исследуемых величин от скорости нагружения, а также выявлена их чувствительность к масштабному фактору.

7. Зарождение микротрещин в зоне локальной деформации

Метод локального нагружения несколько десятков лет используется для определения трещиностойкости (или критического коэффициента интенсивности напряжений первого рода K_{Ic}) высокопрочных и малопластичных конструкционных и инструментальных материалов, например стекол, керамик, твердых сплавов, нитридов, карбидов и т.д. [39].

Закономерности зарождения и развития трещин в условиях динамического наноиндентирования исследовались в различных материалах (фуллерите C_{60} , кремнии, германии и вольфрамите свинца $PbWO_4$) при разных нагрузках и скоростях деформирования. Было установлено, что зарождение и развитие микротрещин

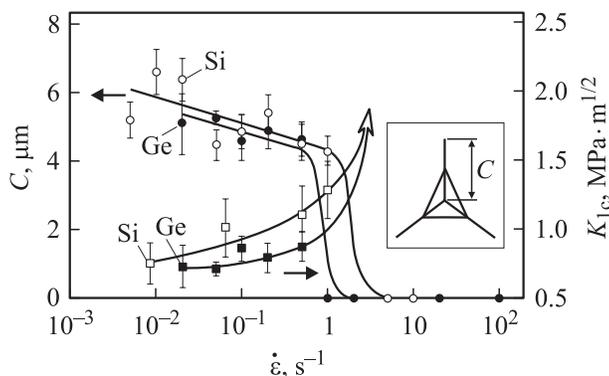


Рис. 10. Зависимость длины трещины C и критического коэффициента интенсивности напряжений первого рода K_{Ic} от скорости относительной деформации $\dot{\epsilon}$ для Si и Ge. На вставке схематически изображен отпечаток с трещиной длиной C в его вершине.

вызывают появление еще одной моды неустойчивой деформации в процессе наноиндентирования в виде отдельных скачков, которые могут формироваться как при нагружении, так и при разгрузке в зависимости от материала образца. Сканирование остаточных отпечатков в атомно-силовом микроскопе позволило зафиксировать образование радиальных поверхностных трещин, развивающихся из углов отпечатков, и выявить скоростные зависимости для K_{Ic} в германии и кремнии. Обнаружен эффект скачкообразного роста динамической вязкости и разрушения в этих материалах с увеличением скорости деформирования (рис. 10). В обычных условиях одноосного растяжения образцов большинство материалов обнаруживает уменьшение K_{Ic} с ростом скорости нагружения, т.е. охрупчивается. Поэтому прекращение образования трещин при достижении некоторой критической скорости деформирования, на первый взгляд кажется парадоксальным. Однако для их зарождения по обычным дислокационным механизмам необходимо сначала получить достаточное количество дислокаций и заставить их взаимодействовать на малых расстояниях. Как следует из результатов, описанных в разделе 3 (рис. 2, а и 3), с ростом $\dot{\epsilon}$ образование и без того немногочисленных дислокаций в области $h \leq 100 \text{ nm}$ еще более затрудняется и сдвигается в сторону больших нагрузок. Бездислокационное „гомогенное“ зарождение микротрещины, очевидно, требует еще больших напряжений. Тем не менее и в этих условиях образуется остаточный отпечаток, свидетельствующий о наличии пластичности. Все это вместе взятое дает основание полагать, что наблюдаемое резкое блокирование трещинообразования в условиях высокоскоростного локального деформирования обусловлено тем, что пластическое течение в этих условиях происходит за счет генерирования и перемещения точечных дефектов, а не дислокаций.

8. Заключение

Резюмируя представленные выше результаты, можно констатировать следующее.

1) Свойства материалов в нанобъемах претерпевают существенные изменения по мере уменьшения их размеров. Роль и доля скачкообразных мод деформации, как и вклад упругой части деформации в полную, нарастают при уменьшении нагрузки (размеров отпечатка). Вместе с тем в ряде случаев можно найти нормирующие факторы и области параметров, обеспечивающие инвариантность механических характеристик (прерывистого течения в сплавах Al–Mg, предела текучести в металлических, полупроводниковых и оксидных монокристаллах, характеристики ползучести в металлах и сплавах). Это позволяет с помощью методов наноиндентирования решать две группы задач: а) выяснять специфику поведения материалов в нанобъемах; б) заменять (или дополнять) методы механических макроиспытаний (например, определять активационные

параметры ползучести, характеристики индуцированных высокими давлениями фазовых переходов, критические скорости деформирования, разделяющие различные моды пластического течения, и т. д.).

2) Малые характерные размеры области деформирования на начальных стадиях вдавливания индентора позволяют достигать очень высоких локальных скоростей относительной деформации $\dot{\epsilon} \sim 10^5 \text{ s}^{-1}$ при весьма умеренных линейных скоростях внедрения индентора ($\sim 1 \text{ cm/s}$). Это дает уникальную возможность исследовать роль скоростных факторов и времязависимые характеристики материалов в очень широком диапазоне $\dot{\epsilon}$.

3) Высокое временное и пространственное разрешение современных наноиндентометров позволяет исследовать кинетику и динамику большинства важнейших для формирования механических свойств элементарных актов: зарождения и движения дислокаций, их торможения облаками Коттрелла, образования и роста зародышей новой фазы в области высокого давления, момента появления микротрещин, вязкоупругого восстановления после разгрузки и др.

4) Установленные закономерности поведения материалов открывают перспективы улучшения служебных характеристик тонких покрытий, субмикрообъемов материалов, наномашин и т. п.

Список литературы

- [1] В.Р. Регель, А.И. Слущер, Э.Е. Томашевский. Кинетическая природа прочности твердых тел. Наука, М. (1974). 560 с.
- [2] В.И. Владимиров. Физическая природа разрушения металлов. Металлургия, М. (1984). 280 с.
- [3] В.Е. Панин, В.А. Лихачев, Ю.В. Гриняев. Структурные уровни деформации твердых тел. Наука, Новосибирск (1985). 232 с.
- [4] Н.А. Конева, В.Э. Козлов. В кн.: Структурные уровни пластической деформации и разрушения / Под ред. В.Е. Панина. Наука, Новосибирск (1990). С. 123.
- [5] W.C. Oliver, G.M. Pharr. *J. Mater. Res.* **7**, 6, 1564 (1992).
- [6] W.C. Oliver, G.M. Pharr. *J. Mater. Res.* **19**, 1, 3 (2004).
- [7] J.B. Pethica, R. Hutchings, W.C. Oliver. *Phil. Mag. A* **48**, 4, 593 (1983).
- [8] Н.В. Новиков, С.Н. Дуб, Ю.В. Мильман, И.В. Гриднева, С.И. Чугунова. *Сверхтвердые материалы* **18**, 3, 36 (1996).
- [9] Ю.И. Головин, А.И. Тюрин, В.И. Иволгин, В.В. Коренков. *ЖТФ* **70**, 5, 82 (2000).
- [10] Yu.I. Golovin, V.I. Ivolgin, V.V. Korenkov, N.V. Korenkova, B.Ya. Farber. *Phil. Mag. A* **82**, 10, 2173 (2002).
- [11] P. Vettiger, G. Cross, M. Despont, U. Duerig, B. Gostmann, W. Haeberte, M. Lantz, H. Rothuizen, R. Stutz, G. Binning. *IEEE Trans. Nanotech.* **1**, 1, 39 (2002).
- [12] К. Джонсон. Механика контактного взаимодействия. Пер. с англ. Мир, М. (1989). 510 с.
- [13] Дж. Хирт, И. Лоте. Теория дислокаций. Атомиздат, М. (1972). 599 с.
- [14] Ю.И. Головин, С.Н. Дуб. *ДАН* **393**, 2, 180 (2003).
- [15] Yu.V. Milman, B.A. Galanov, S.I. Chugunova. *Acta Met. Mater.* **41**, 9, 2523 (1993).
- [16] S. Jayaraman, G. Hahn, W. Oliver, C.A. Rubin, P.C. Bastias. *Int. J. Sol. Struct.* **35**, 5–6, 365 (1998).
- [17] J.C.M. Li. *Mater. Sci. Eng. A* **322**, 1–2, 23 (2002).
- [18] Ю.И. Головин, А.И. Тюрин. *Письма в ЖЭТФ* **60**, 3, 722 (1994).
- [19] Ю.И. Головин, А.И. Тюрин. *ФТТ* **42**, 10, 1818 (2000).
- [20] Yu.I. Golovin, A.I. Tyurin, B.Ya. Farber. *J. Mater. Sci.* **37**, 3, 895 (2002).
- [21] Yu.I. Golovin, A.I. Tyurin, B.Ya. Farber. *Phil. Mag. A* **82**, 10, 1857 (2002).
- [22] G. Berces, N. Chinh, A. Juhasz, J. Lendvai. *J. Mater. Res.* **13**, 6, 1411 (1998).
- [23] В.И. Иволгин, Д.А. Сергунин. *Конденсир. среды и межфаз. границы* **6**, 1, 41 (2004).
- [24] Ю.И. Головин, В.И. Иволгин, М.А. Лебедин. *ФТТ* **44**, 7, 1254 (2002).
- [25] Yu.I. Golovin, V.I. Ivolgin, V.A. Khonik, K. Kitagawa, A.I. Tyurin. *Scripta Mater.* **45**, 8, 947 (2001).
- [26] Ю.И. Головин, В.И. Иволгин, А.И. Тюрин, В.А. Хоник. *ФТТ* **45**, 7, 1209 (2003).
- [27] C.A. Schuh, T.G. Nieh. *Acta Mater.* **51**, 1, 87 (2003).
- [28] N.V. Novikov, I.A. Petrusha, L.K. Shvedov, S.B. Polotnyak, S.N. Dub, S.A. Shevchenko. *Diamond Relat. Mater.* **8**, 2–5, 361 (1999).
- [29] I.V. Gridneva, Yu.V. Milman, V.I. Trefilov. *Phys. Stat. Sol. (a)* **14**, 177 (1972).
- [30] G.M. Pharr, W.C. Oliver, D.S. Harding. *J. Mater. Res.* **6**, 6, 1129 (1991).
- [31] A. Kailer, Y.G. Gogotsi, K.G. Nickel. *J. Appl. Phys.* **81**, 7, 3057 (1997).
- [32] Y.G. Gogotsi, V. Domnich, S.N. Dub, A. Kailer, K.G. Nickel. *J. Mater. Res.* **15**, 3, 871 (2000).
- [33] V. Domnich, Yu. Gogotsi. *Rev. Adv. Mater. Sci.* **3**, 1 (2002).
- [34] V. Domnich, Yu. Gogotsi, M. Trenary. *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.* **649**, 891 (2001).
- [35] N. Igawa, T. Nagasaki, Y. Ishii, K. Noda, H. Ohno, Y. Morii, J.A. Fernandez-Baca. *J. Mater. Sci.* **33**, 19, 4747 (1998).
- [36] Ю.И. Головин, В.В. Коренков, Б.Я. Фарбер. *Изв. РАН. Сер. физ.* **67**, 6, 840 (2003).
- [37] J.-J. Kim, Y. Choi, S. Suresh, A.S. Argon. *Science* **295**, 5555, 654 (2002).
- [38] C.A. Schuh, T.G. Nieh. *J. Mater. Res.* **19**, 1, 46 (2004).
- [39] B.R. Lawn, T.R. Wilshaw. *J. Mater. Sci.* **10**, 1049 (1975).