

05:12

Исследование времязависимого механического поведения материалов при испытаниях на нанотвердость

© М.Л. Трунов,¹ В.С. Биланич,¹ С.Н. Дуб²¹ Ужгородский национальный университет,
88000 Ужгород, Украина² Институт сверхтвердых материалов НАН Украины,
Киев, Украина

e-mail: stm@tn.uz.ua, bilanych@univ.uzhgorod.ua, lz@ism.kiev.ua

(Поступило в Редакцию 29 августа 2006 г. В окончательной редакции 30 января 2007 г.)

Рассмотрены методические аспекты исследования времязависимых механических свойств материалов при наноиндентировании в импульсном режиме нагрузки и разгрузки индентора Берковича. Показана возможность определения вязкости и времен релаксации вязкоупругих материалов из экспериментов по наноиндентированию. Продемонстрированы преимущества импульсной методики наноиндентирования при исследовании фотопластического эффекта в халькогенидных стеклах.

PACS: 61.43.Fs, 62.25.+g, 81.07.-b

Введение

В последнее время для исследования механических свойств материалов в наномасштабе широко применяется техника наноиндентирования, позволяющая измерять нанотвердость и модуль Юнга при глубине отпечатка на много меньше $1\ \mu\text{m}$ [1–3]. Отпечаток получают, используя в качестве индентора острый индентор Берковича (трехгранная алмазная пирамидка с углом у вершины 65.3°). При наноиндентировании традиционно используется схема испытаний (рис. 1, линия 1), при которой нагрузка P на индентор Берковича линейно возрастает от нуля до максимального значения P_{max} , выдерживается постоянной в течение 10–20 с и затем линейно уменьшается до значения $P = 0.2P_{\text{max}}$. Остановка на 30 с во время разгрузки производится для измерения скорости теплового расширения стержня индентора. Считается, что при выдержке индентора при малой нагрузке (20% от максимальной) изменение глубины контакта вызвано только тепловым расширением из-за разности температуры образца и индентора [1], что позволяет находить скорость теплового расширения стержня индентора. После испытаний проводится коррекция полученных результатов (кривая нагрузки/разгрузки индентора), во время которой вносится соответствующая поправка. Обычно изменение глубины отпечатка после полного снятия нагрузки не исследуют и считают ее неизменной. Такая схема испытаний хорошо подходит для материалов, вязкость которых высока при комнатной температуре (металлы, керамика).

Однако для вязкоупругих материалов, в которых при комнатной температуре происходят интенсивные релаксационные процессы, традиционная схема испытаний на нанотвердость приводит к получению искаженных результатов [4–6]. В частности, наличие вязкоупругой составляющей деформации приводит к завышению контактной жесткости и, следовательно, упругого моду-

ля образца. Величина нанотвердости оказывается заниженной из-за частичного восстановления отпечатков после полного снятия нагрузки. Данное явление обусловлено наличием в вязкоупругих материалах значительной релаксационной составляющей деформации [7]. Так, например, аморфный селен ($T_g = 32^\circ\text{C}$) является классическим вязкоупругим материалом при комнатной температуре, и исследование его механических свойств методом наноиндентирования при традиционных схемах испытаний приводит к получению нереальных результатов [5]. Предложенная в [5] методика экспериментального подбора условий нагружения и скорости разгрузки при исследованиях таких вязкоупругих материалов существенно повышает трудоемкость процесса испытаний. Кроме того, в [5] не учтен процесс восстановления отпечатка после полной разгрузки индентора, неизбежно

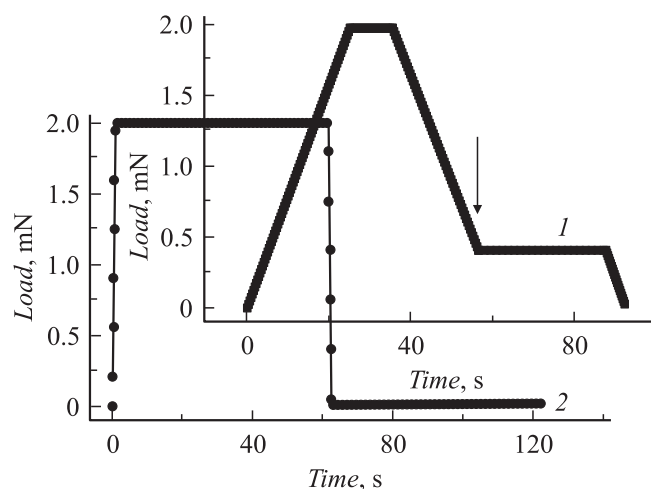


Рис. 1. Схема приложения нагрузки в обычном (линия 1) и импульсном (линия 2) режимах наноиндентирования материалов. Стрелкой показана остановка индентора для коррекции термодрейфа.

присутствующий при испытаниях вязкоупругих материалов.

Цель данной работы — разработка методики исследования времязависимого механического поведения материалов при испытаниях на нанотвердость с импульсным приложением нагрузки и измерением восстановления отпечатка после полной разгрузки индентора.

Были исследованы в импульсном режиме (рис. 1, линия 2) кристаллические и некристаллические материалы, упругопластические свойства которых, а также нанотвердость и модуль Юнга изменяются в широком диапазоне: металлы, кристаллические полупроводники, органические полимеры, оксидные и халькогенидные стекла. Последние представлены аморфным селеном и тонкими пленками состава $As_{50}Se_{50}$, вязкость которых атермически изменяется в широких пределах при облучении светом из области края собственного поглощения (отрицательный фотопластический эффект) [9–11], что позволяет провести оценку возможности применения импульсной методики наноиндентирования для изучения индуцированных фотопластических явлений в халькогенидных стеклах.

Теоретический анализ

В общем виде закон деформирования твердого тела можно представить в виде [8]:

$$\sum_{i=0}^{\infty} a_i \frac{d^i \sigma}{dt^i} = \sum_{i=0}^{\infty} b_i \frac{d^i \varepsilon}{dt^i}, \quad (1)$$

где σ — механическое напряжение, ε — деформация образца, i — составляющие деформации.

Если тело является идеально упругим (отсутствуют все составляющие деформации, кроме упругой, и тогда все $\frac{d^i}{dt^i} = 0$), то уравнение (1) будет иметь вид $a_0 \sigma = b_0 \varepsilon$ или $\sigma = E \varepsilon$ (закон Гука, где $E = b_0/a_0$).

В случае вязкоупругого материала в первом приближении допускается, что $\frac{d^i}{dt^i} = 0$ при $i \geq 2$ и $\frac{d^i}{dt^i} \neq 0$ при $i = 1$. В этом случае уравнение (1) имеет вид

$$a_0 \sigma + a_1 \frac{d\sigma}{dt} = b_0 \varepsilon + b_1 \frac{d\varepsilon}{dt}. \quad (2)$$

Решение дифференциального уравнения (2) имеет вид [8]:

$$\varepsilon(t) = \frac{\sigma_0}{M_R} + \left(\varepsilon_0 - \frac{\sigma_0}{M_R} \right) e^{-t/\tau_\sigma}, \quad (3)$$

где $\tau_\sigma = \frac{b_1}{b_0}$ — время релаксации деформации при $\sigma = \text{const}$; M_R — срелаксированный упругий модуль; ε_0 — упругая деформация, распространяющаяся в твердом теле со скоростью звука. Время релаксации зависит от температуры T по закону

$$\tau_\sigma = \tau_0 e^{-U/kT}, \quad (4)$$

где U — энергия активации релаксационного процесса, τ_0 — время релаксации при бесконечно больших температурах.

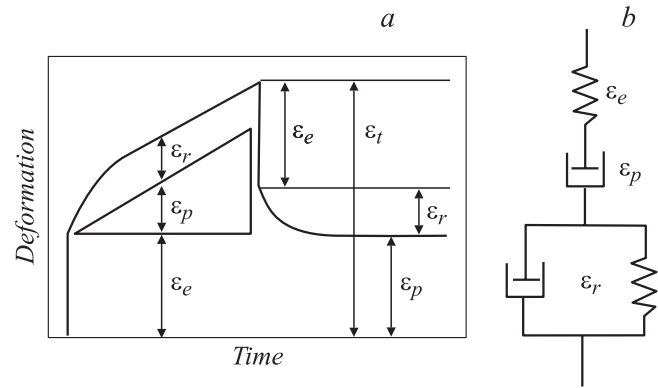


Рис. 2. Механический отклик материала при исследовании релаксации деформации твердого тела в импульсном режиме (а) и механическая модель (б), соответствующая зависимости деформации от времени.

При изотермических исследованиях обычно проводятся измерения зависимостей $\varepsilon(t)$ (релаксация деформации) и $\sigma(t)$ (релаксация механических напряжений) при приложении нагрузки в форме прямоугольного импульса.

Обычно зависимости $\varepsilon(t)$ анализируют после снятия внешнего воздействия, когда материал свободно релаксирует к некоторому равновесному состоянию. При этом для большинства твердых тел полная кривая $\varepsilon(t)$, соответствующая мгновенному приложению/снятию внешней нагрузки, будет иметь вид, представленный на рис. 2, а. Механическая модель, соответствующая такому процессу деформирования (рис. 2, б), показывает, что в начальный момент приложения нагрузки и в момент ее снятия активным является только упругий элемент (ε_e). В этом случае упругий модуль материала можно определить как по скачку деформации при приложении нагрузки, так и по ее скачку в момент разгрузки.

Вязкоупругие материалы занимают промежуточное положение между идеально упругими твердыми телами, деформация ε которых пропорциональна приложенной силе, и вязкими жидкостями, для которых аналогичная зависимость справедлива уже только для скорости деформации $d\varepsilon/dt$. В этом случае механический отклик системы на внешнее возмущение (в нашем случае — приложение механической силы) становится времязависимым. Анализ такого отклика (рис. 2) позволяет выделить три компоненты деформации: (1) упругую деформацию ε_e , скорость изменения которой аналогична скорости изменения приложенной силы (эта компонента является обратимой); (2) вязкоупругую компоненту ε_r , скорость изменения которой определяется релаксационными процессами, происходящими в образце (является обратимой и характеризуется временем или набором времен релаксации); (3) пластическую компоненту ε_p — характеризует остаточную деформацию образца, т. е. является необратимой во времени. Следовательно, общая деформация образца ε может быть представлена в виде суммы слагаемых

$$\varepsilon_t = \varepsilon_e + \varepsilon_r + \varepsilon_p.$$

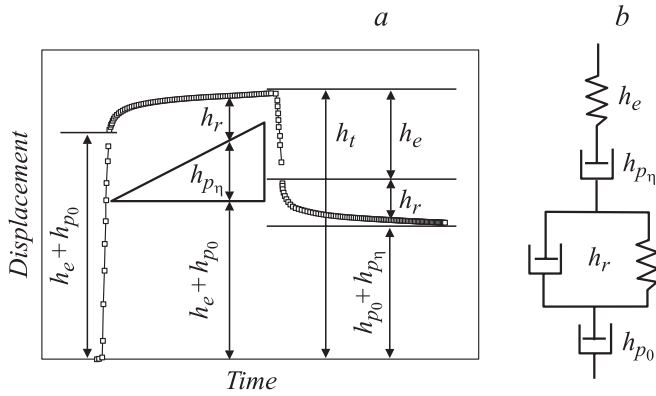


Рис. 3. Механический отклик материала при наноиндентировании в режиме импульсного приложения нагрузки (а) и механическая модель (b), соответствующая зависимости глубины отпечатка от времени.

Из анализа кривой $\varepsilon = \varepsilon(t)$ (рис. 2) видно, что упругая составляющая ε_e , как в начальный момент приложения нагрузки, так и в момент ее снятия одинакова. Кроме того, пластическая составляющая ε_p , которая определяется после снятия нагрузки и полной релаксации образца, равна общей величине пластической деформации, накопленной во время всего действия деформирующей силы. И поэтому мы можем рассчитать скорость вязкого течения по формуле

$$v_\eta = \frac{\varepsilon_p}{t_i},$$

где t_i — время импульса силы.

Применение импульсного метода в технике наноиндентирования указывает на существенные отличия зависимостей $h(t)$ (рис. 3) и $\varepsilon(t)$ (рис. 2). При импульсном наноиндентировании

— величина скачка глубины погружения индентора при нагружении индентора и величина ее скачкообразного уменьшения при снятии нагрузки не совпадают — мгновенная глубина погружения индентора уже содержит в себе пластическую компоненту;

— составляющая h_p в конце эксперимента является сложной и содержит две компоненты — мгновенную пластическую составляющую h_{p0} (аналогичную величине мгновенной пластической деформации при измерении ударной вязкости) и вязкопластическую составляющую h_{pn} , обусловленную вязким течением материала.

Вследствие этого в начальный момент нагрузки глубина погружения индентора имеет вид $h_0 = h_e + h_{p0}$. В конце выдержки под нагрузкой $h = h_e + h_{p0} + h_{pn} + h_r$. Поэтому в механической модели, соответствующей данному процессу внедрения индентора и дальнейшему восстановлению отпечатка в начальный момент времени (в отличие от модели рис. 2, b), будут активны компоненты h_e и h_{p0} . Это не позволяет определить упругий модуль материала в начальный момент разгрузки. Его определение возможно только по кривой разгрузки индентора.

Следовательно, процессы деформирования (и восстановления) образца (рис. 2, a) и внедрения индентора (и восстановления отпечатка) в импульсных режимах происходят по-разному. Кроме того, испытания на твердость изначально являются разрушающим методом контроля.

Из анализа модели (рис. 3, b) видно, что упругая составляющая в „чистом“ виде может быть определена только по кривой разгрузки (скачкообразное восстановление отпечатка). А для определения „чистой“ пластической составляющей h_{pn} , приобретенной материалом только за счет процесса вязкого течения и использующейся для определения абсолютной величины вязкости при данной температуре, необходима полная кривая нагрузки и разгрузки. В этом случае составляющая h_{pn} может быть рассчитана по формуле:

$$h_{pn} = (h - h_r) - (h_e + h_{p0}).$$

При получении полной кривой $h = h(t)$ разность $(h - h_r)$ определяется путем вычитаний релаксационной составляющей из максимальной глубины погружения индентора перед моментом разгрузки. А сумма $(h_e + h_{p0})$ является глубиной мгновенного отпечатка на начальном этапе измерения.

Таким образом, общую глубину отпечатка при импульсном воздействии силы можно представить в виде

$$h = h_e + h_r + h_p,$$

где h_e — величина упругого восстановления отпечатка, зависящая от упругого модуля вещества; h_r — величина вязкоупругого восстановления отпечатка, зависящая от релаксационных свойств материала; h_p — невозстанавливаемая величина отпечатка, обусловленная пластической деформацией материала за время нагрузки (рис. 3). Каждая из этих составляющих обусловлена различными механизмами деформирования. Упругая составляющая возникает вследствие упругого смещения узлов кристаллической решетки или узлов структурной сетки некристаллических материалов под действием внешней нагрузки. Ее величина пропорциональна механической податливости материала ($\sim 1/E$, где E — упругий модуль образца). Пластическая составляющая определяет величину необратимой деформации, которая накапливается в деформируемом материале на протяжении всего времени действия внешней нагрузки. Она обусловлена подвижностью структурных дефектов в кристаллах (например, скольжением дислокаций), а в некристаллических материалах — вязким течением.

Типичной для некристаллических материалов является вязкая (релаксационная) составляющая, которая при импульсной методике наноиндентирования может быть представлена в виде [8]:

$$h_{rel} = h_0 + h_{rel, \max} e^{(-t/\tau)}, \quad (5)$$

h_0 — минимальная глубина, к которой релаксирует отпечаток (в данном случае $h_0 = h_{plast}$), $h_{rel, \max}$ — максимальная величина релаксационного восстановления отпечатка, τ — время релаксации отпечатка.

Для кристаллических материалов (металлы, полупроводниковые кристаллы) вязкая компонента деформации пренебрежимо мала по сравнению с пластической компонентой и становится существенной только при температурах испытаний T , близких к температуре плавления соответствующего металла T_m (как правило, при $T = 0.7T_m$). Однако для некристаллических (аморфных) материалов вклад вязкоупругой составляющей в общий механический отклик образца значителен.

Экспериментальная часть

Для исследований были выбраны образцы, которые представляли различные по твердости и модулю Юнга классы материалов: (1) металлы — чистый хром; (2) кристаллические полупроводники — InSb и $\text{Sn}_2\text{P}_2\text{S}_6$ (последний является также сегнетоэлектриком); оксидные стекла — плавленый кварц и флинт; органические полимеры — полистирол и поликарбонат; неорганические полимеры — аморфный селен. Исследовались также тонкие ($2\ \mu\text{m}$) пленки, полученные методом термического испарения в вакууме 10^{-4} Па халькогенидного стекла состава $\text{As}_{50}\text{Se}_{50}$. В качестве подложек использовались полированные пластинки стекла К-8 толщиной 2 mm.

Все эксперименты проведены на нанотвердомере Nano Indenter II (MTS Systems) индентором Берковича при двух способах нагружения. Первый из них (рис. 1) — известная схема, рекомендованная производителем нанотвердомера и традиционно применяемая в наноиндентировании, второй (рис. 2) — импульсное нагружение с быстрой (1 s) нагрузкой/разгрузкой образца и одинаковыми по длительности (60 s) сегментами выдержки образца при максимальной нагрузке и после полной разгрузки индентора.

Импульсное нагружение с последующим измерением восстановления отпечатка после полной разгрузки само по себе не является новой методикой при механических испытаниях материалов (см., например, работу [12] по исследованию микротвердости стекол), однако нам неизвестны подобные систематические исследования при наноиндентировании (за исключением работ [13–19], где используются только отдельные элементы такого нагружения).

Для набора статистики и оценки воспроизводимости результатов для обеих схем приложения нагрузки проводилось не менее трех испытаний для каждого образца. Максимальная нагрузка в каждом цикле была одинаковой и составляла 2 mN. Для обеих схем приложения нагрузки твердость и модуль упругости находились по методике, разработанной Оливером и Фаром [1]. Погрешность измерений не превышала 10% для модуля Юнга и 5% — для нанотвердости.

Испытания свеженанпыленных аморфных пленок $\text{As}_{50}\text{Se}_{50}$ проводились как в темноте, так и в условиях облучения поглощаемым светом (He–Ne-лазер, 633 nm; 2.0 eV; 0.5 mW) через прозрачную подложку. Диаметр

лазерного пятна на образце составлял 2 mm, таким образом, интенсивность света при облучении не превышала $30\ \text{mW}/\text{cm}^2$. Такие мощности лазерного излучения не приводят к нагреву и соответственно изменению механических характеристик указанного материала вследствие нагрева [20]. Таким образом, регистрируемое изменение вязкости пленок от 10^{16} до 10^{12} – 10^{13} Poise достигалось чисто оптическим (атермическим) путем.

Результаты и обсуждение

Рассмотрим сначала механическое поведение обычного упругопластичного материала (монокристалл хрома высокой чистоты (зонная плавка)) при наноиндентировании. Для обычного метода испытаний результаты представлены в координатах „сила–перемещение“, для импульсного — в координатах „перемещение–время“. Обычная диаграмма нагружения индентора Берковича для хрома показана на рис. 4, *a*. Видно, что кривая разгрузки характерна для материала с ярко выраженной пластичностью, поскольку в течение разгрузки восстанавливается очень малая часть отпечатка ($h_p/h_t = 0.93$). Поведение хрома при ступенчатом нагружении (рис. 4, *b*) свидетельствует о полном отсутствии какой-либо вязко-

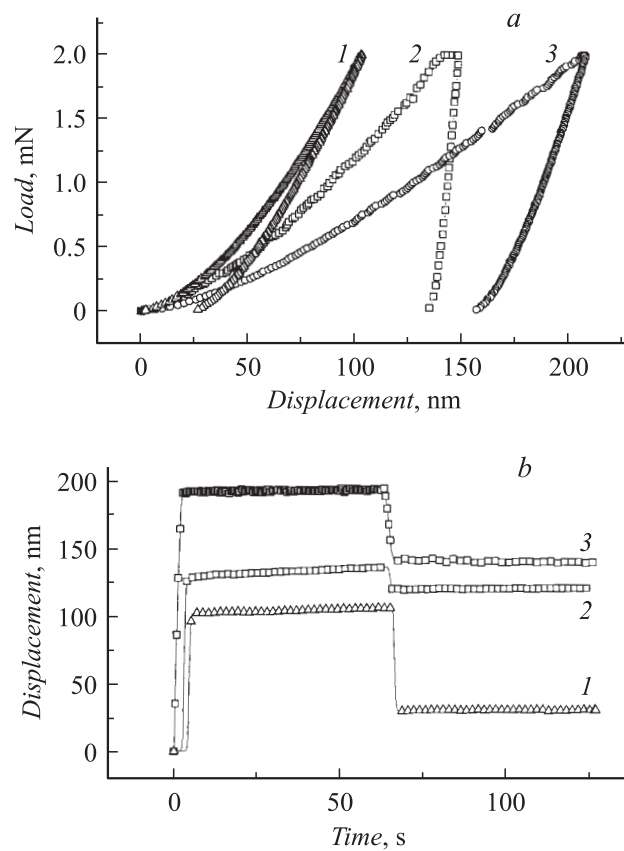


Рис. 4. Диаграммы испытаний различных материалов в обычном (*a*) и импульсном (*b*) режимах наноиндентирования: 1 — плавленый кварц; 2 — чистый (99.999%) хром; 3 — монокристалл $\text{Sn}_2\text{P}_2\text{S}_6$ (001).

Материал	h_p/h_t	E_1 , GPa	H_1 , GPa	E_2 , GPa	H_2 , GPa
Cr	0.93	265 ± 7	2.82 ± 0.1	310 ± 12	3.6 ± 0.4
InSb (111)	0.56	78.5 ± 2.4	2.25 ± 0.1	76 ± 2	2.33 ± 0.04
Sn ₂ P ₂ S ₆ (001)	0.72	45 ± 1	1.96 ± 0.11	52.7 ± 1.5	2.03 ± 0.02
SiO ₂	0.25	67 ± 1	9.8 ± 0.1	62.0 ± 0.5	9.4 ± 0.1
Стекло (флинт)	0.46	60 ± 1	5.3 ± 0.2	60 ± 1	4.9 ± 0.1
Поликарбонат	0.6	3.7 ± 0.2	0.22 ± 0.01	3.3 ± 0.1	0.17 ± 0.01
Полистирол	0.65	5.3 ± 0.5	0.29 ± 0.02	5.5 ± 0.2	0.25 ± 0.03
<i>a</i> -Se (I)	0.72	11.8 ± 0.1	0.38 ± 0.02	11.2 ± 0.3	0.35 ± 0.1
<i>a</i> -Se (II)	0.63	12.9 ± 0.5	0.56 ± 0.04	12.0 ± 0.35	0.52 ± 0.02
<i>c</i> -Se	0.49	20 ± 0.3	1.3 ± 0.2	19.5 ± 0.5	1.23 ± 0.2

упругости — глубина отпечатка после полной разгрузки не изменяется со временем.

Аналогичным образом ведут себя при наноиндентировании металлы с другим отношением h_p/h_t , кристаллические полупроводники и оксидные стекла (рис. 4, см. таблицу: E_1 и H_1 — модуль Юнга и нанотвердость при традиционных испытаниях, E_2 и H_2 — для импульсного метода приложения нагрузки). Для металлов преобладает (до 95%) пластическая составляющая. Для полупроводников и оксидных стекол доля упругой составляющей увеличивается до 30–60% (см. рис. 4 для плавленого кварца). Вязкоупругое восстановление отпечатка у этих материалов отсутствует так же, как и у металлов,¹ поэтому вид кривой при ступенчатом нагружении качественно подобен кривой на рис. 4, *b*. Важно отметить, что полученные при импульсном нагружении значения твердости и модуля упругости (расчет по методу Оливера–Фара) удовлетворительно совпадают со значениями, полученными при обычной схеме наноиндентирования (см. таблицу). Таким образом, при наноиндентировании вышеуказанных материалов наблюдаются только упругая и пластическая составляющие.

Иначе ведут себя вязкоупругие материалы, типичным представителем которых является аморфный селен. При обычной схеме испытаний селена (рис. 5, *a*) в момент остановки разгрузки индентора для коррекции термодрейфа на 30 с на полученной кривой образуется характерная „ступенька“ (показана на рис. 5, *a* стрелкой), которая не наблюдается при испытаниях металлов, кристаллических полупроводников и оксидных стекол (рис. 4, *a*). Это вызвано тем, что для вязкоупругих материалов наблюдается времязависимое механическое поведение. Если эти материалы быстро разгрузить, то глубина отпечатка будет изменяться в течение некоторого времени после разгрузки (рис. 5, *b*). Поэтому во время остановки разгрузки при коррекции термодрейфа перемещение индентора изменяется не только вследствие теплового дрейфа, но также из-за вязкоупругого восстановления отпечатка. Видно (рис. 5, *b*), что ярко выраженное вязкоупругое восстановление отпечатка наблюдается для обоих исследованных образцов аморфного

селена: свежеприготовленного образца *a*-Se (I) (рис. 5, *b*, кривая 1) и образца *a*-Se (II), хранившегося в лабораторных условиях в течение трех лет (рис. 5, *b*, кривая 2). Для кристаллического селена *c*-Se такое восстановление отпечатка отсутствует (рис. 5, *b*, кривая 3).

Кривые восстановления отпечатков на рис. 5, *b* могут быть проанализированы при помощи соотношения (5). Анализ релаксационной кривой, проведенный для образ-

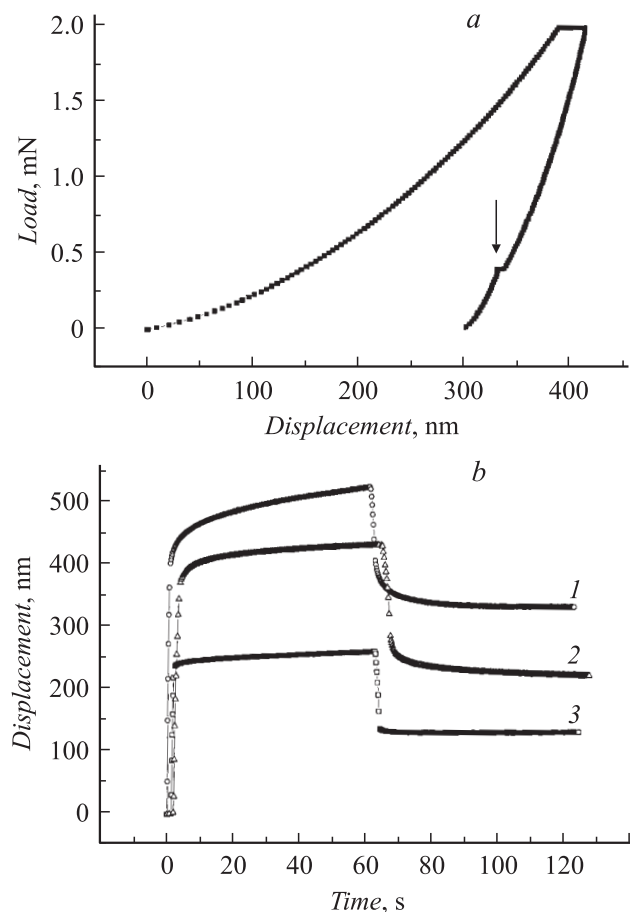


Рис. 5. Диаграмма испытаний селена (*a*) обычным методом (образец *a*-Se(II)); (*b*) импульсным методом. Кривая 1 — свежеприготовленный образец селена — *a*-Se(I), кривая 2 — образец, выдержанный в течение трех лет — *a*-Se(II), кривая 3 — термически закристаллизованный селен *c*-Se.

¹ Очень слабая вязкоупругость обнаружена для флинта и кристалла InSb. Для последнего она, по-видимому, является приобретенной вследствие фазового превращения, происходящего при давлении $P = 2.6$ GPa [21].

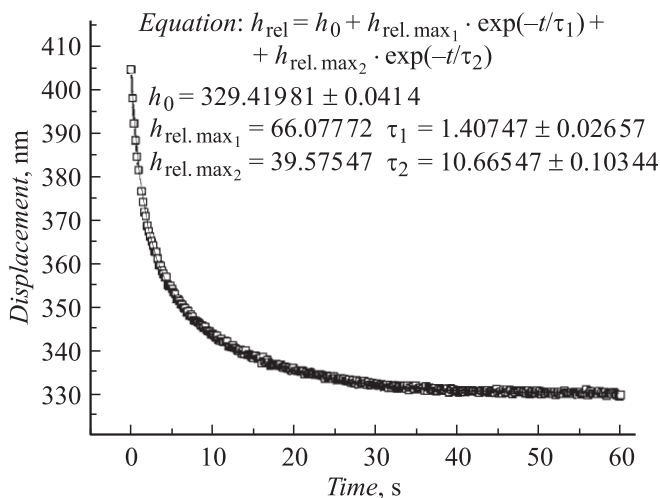


Рис. 6. Кривая восстановления отпечатка в свежеприготовленном селене и результат ее аппроксимации.

ца a -Se (I) (рис. 5, b , кривая 1) показал, что наиболее удовлетворительные результаты аппроксимации могут быть получены при использовании суммы двух экспонент (рис. 6):

$$h_{rel} = h_0 + h_{rel, max_1} e^{(-t/\tau_1)} + h_{rel, max_2} e^{(-t/\tau_2)}. \quad (6)$$

В этом случае времена релаксации τ_1 и τ_2 отличаются на порядок и составляют 1.5 и 10 s соответственно. Они характеризуются близкими значениями весовых вкладов h_{rel, max_1} , h_{rel, max_2} . Релаксационная кривая для селена a -Se (II) описывается аналогичным уравнением, но времена релаксации составляют 2 и 22 s соответственно. Возрастание времени релаксации указывает на замедление релаксационных явлений с течением времени и сдвиг спектра времен релаксации в область более высоких τ .

Полученные значения нанотвердости и модуля Юнга для аморфного и кристаллического селена близки к литературным данным [6,22,23].

Выявленные особенности наномасштабной релаксации в Se можно объяснить исходя из его структурного строения. Так, стеклообразный селен — это линейный неорганический полимер с простой структурой макромолекул в виде цепочек и колец (замкнутых цепочек) Se_n , построенных из атомов селена с ковалентными связями [24]. В нем реализуется минимальное число релаксационных процессов, характерных для полимерного состояния вещества. В структуре селена можно выделить области локального разупорядочения вблизи атомов с болтающимися связями. Очевидно, что релаксация структуры в окрестностях таких дефектных атомов и аналогичный процесс в структурных областях, которые не содержат таких атомов, будут иметь различные параметры.

Таким образом, можно утверждать, что применение импульсного нагружения при испытаниях на нанотвердость позволяет использовать метод Оливера—Фара для

расчета модуля Юнга и нанотвердости вязкоупругих материалов.

Важным преимуществом ступенчатого нагружения по схеме рис. 1 (линия 2) является возможность определения вязкости испытуемого образца. Проиллюстрируем это на примере пленки халькогенидного стекла состава $As_{50}Se_{50}$. Известно [9,10], что при облучении пленок халькогенидных стекол светом из области края поглощения наблюдается отрицательный фотопластический эффект при атермическом уменьшении их вязкости до значений 10^{12} – 10^{13} Poise (в зависимости от плотности мощности света), что близко к вязкости исходных стекол вблизи их температуры размягчения T_g . На рис. 7 показано влияние облучения на изменение вида кривой деформирования, полученной обычным методом нагружения (a) и при ступенчатом приложении нагрузки (b). Из результатов, полученных при обычном методе нагружения, видно, что при облучении (кривая 2) угол наклона кривой на участке нагрузки индентора, а также величина пластической деформации при выдержке индентора под нагрузкой увеличиваются по сравнению с испытанием в темноте (кривые 1, 3). Из результатов

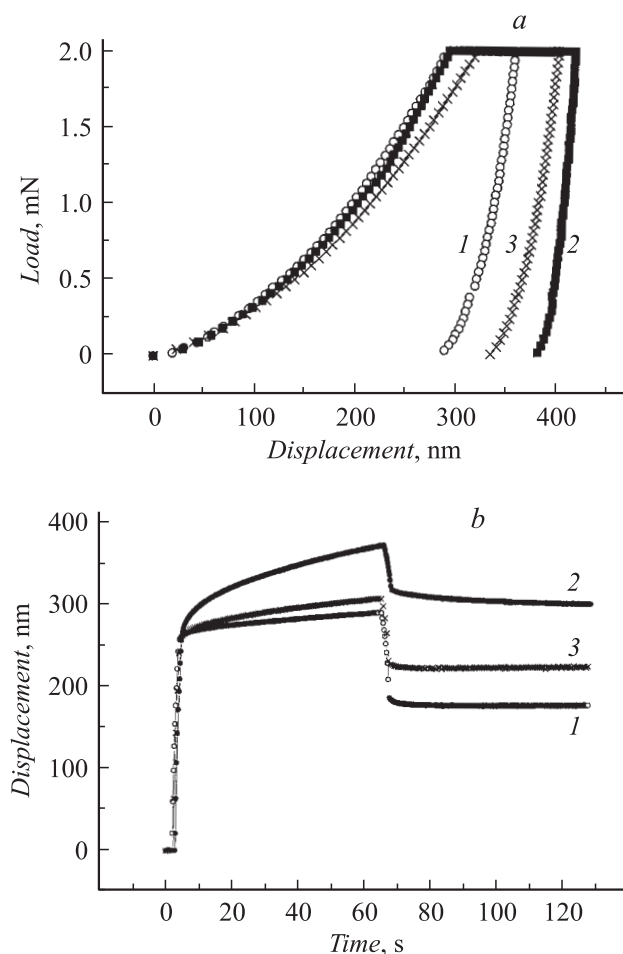


Рис. 7. Влияние лазерного облучения на вид диаграммы испытаний пленки $As_{50}Se_{50}$: a) — при обычном нагружении, b) — при импульсном нагружении. Кривая 1 — в темноте, 2 — при облучении, 3 — после облучения.

испытаний при облучении мы имеем традиционный для обычного метода нагружения набор механических характеристик: модуль Юнга E , нанотвердость H , максимальную глубину отпечатка и восстановленный отпечаток. Исследование этого же эффекта методом импульсного наноиндентирования дает возможность помимо получения этих параметров дополнительно проследить динамику изменения составляющих h_e , h_r , h_p и, следовательно, оценить их вклад в изменение механизма деформирования материала во время засветки.

Определение вязкости

Импульсный метод нагружения индентора позволяет провести оценку вязкости полимерных и стеклообразных материалов. Действительно, скорость деформации при погружении индентора в стекло, согласно [25], определяется соотношением

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = G_1 \varepsilon_{el} \left[\frac{1}{\eta_1} + \frac{1}{\eta_2} \exp\left(-\frac{G_2 t}{\eta_2}\right) \right], \quad (7)$$

где ε_{el} — равновесная упругая деформация; G_1 — модуль сдвига стекла; η_1 — ньютоновская вязкость; η_2 и G_2 — микровязкость и модуль сдвига, характеризующие замедленно-упругую деформацию в реологической модели Бюргера.

Из (7) следует, что процесс погружения индентора контролируется ньютоновским вязким течением (η_1 , G_1) и микровязкостью стекла (η_2 , G_2).

При комнатных температурах (т.е. при $\eta_1 \gg \eta_2$) вклад вязкого течения незначителен, поэтому скорость процесса определяется микровязкостью стекла. При $t \gg G_2/\eta_2$ процесс погружения индентора существенно замедляется, что наблюдается при вязкости материала больше 10^{16} Poise на участке выдержки индентора под нагрузкой (см. рис. 7, *b*, кривая 1).

Для случая $\eta_1 \approx \eta_2$ вклад вязкого течения увеличивается и при $t \gg G_2/\eta_2$ процесс погружения индентора полностью контролируется вязким течением

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = \frac{G_1 \varepsilon_1}{\eta_1}. \quad (8)$$

Используя соотношение, связывающее $\frac{d\varepsilon}{dt}$ и скорость изменения глубин микроотпечатка $\frac{dh}{dt}$ [26], получим

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = \frac{h_0}{h^2} \frac{dh}{dt}, \quad (9)$$

где h — глубина микроотпечатка; h_0 — „мгновенное“ значение глубины отпечатка в момент приложения нагрузки P , и полагая, что произведение $G_1 \varepsilon_1$ в (8) в первом приближении равно среднему контактному напряжению $G_1 \varepsilon_1 = P/h^2$, из соотношений (8) и (9) получим

$$\frac{dh}{dt} = \frac{P}{h_0 \eta_1}. \quad (10)$$

Таким образом, в случае $\eta_1 \approx \eta_2$ изменение глубины отпечатка $h(t)$ является линейной функцией от времени процесса. Это соответствует поведению кривой 2 на рис. 7, *b*. Рассчитанное по этой кривой с использованием соотношения (10) значение вязкости составляет $4 \cdot 10^{12}$ Poise. Этот результат удовлетворительно согласуется с величиной вязкости при облучении волокон халькогенидных стекол, которая была измерена прямым методом [11].

Таким образом, из представленного выше анализа и полученных экспериментальных результатов видно, что наличие полной кривой $h = h(t)$ при импульсном наноиндентировании позволяет кроме стандартных механических параметров (модуля Юнга E и нанотвердости H , рассчитанных по методу Оливера–Фара) определить вязкость материала, а также проанализировать его релаксационный спектр.

Заключение

Проанализированы методические аспекты применения импульсного приложения нагрузки при испытаниях вязкоупругих материалов на нанотвердость, а также для исследований изменений их механических характеристик вследствие релаксационных процессов при внешних воздействиях (температура/лазерное облучение).

Показано, что получаемые при импульсном приложении нагрузки значения твердости и модуля упругости удовлетворительно согласуются со значениями аналогичных параметров, полученными при стандартном методе испытаний на нанотвердость (метод Оливера–Фара).

На примере пленок халькогенидных стекол показана возможность применения методики импульсного наноиндентирования для оценки вязкости материалов и ее изменений при фотопластическом эффекте.

Список литературы

- [1] Oliver W.C., Pharr G.M. // J. Mater. Res. 1992. Vol. 7. N 7. P. 1564.
- [2] Oliver W.C., Pharr G.M. // J. Mater. Res. 2004. Vol. 19. N 1. P. 3.
- [3] Hay J.L., Pharr G. // Mechanical Testing and Evaluation, 8-03D / Ed. by H. Kuhn and D. Medlin. ASM Int., Materials Park, 2000. P. 231–240.
- [4] Feng G., Ngan A.H.W. // J. Mater. Res. 2002. Vol. 17. N 3. P. 660.
- [5] Ngan A.H.W., Tang B. // J. Mater. Res. 2002. Vol. 17. N 12. P. 2604.
- [6] Tang B., Ngan A.H.W. // J. Mater. Res. 2003. Vol. 18. N 6. P. 1141.
- [7] Бартнев Г.М., Сандитов Д.С. Релаксационные процессы в стеклообразных системах. Новосибирск: Наука, 1986. 243 с.
- [8] Механизмы релаксационных явлений в твердых телах / Под ред. В.С. Постникова. Каунас: Каунасский политехнический институт, 1974. 364 с.

- [9] Трунов М.Л., Анцугин А.Г. // Письма в ЖТФ. 1992. Вып. 18. С. 78.
- [10] Trunov M.L. // J. Non-Cryst. Solids. 1995. Vol. 192/193. P. 431.
- [11] Hisakuni H., Tanaka K. // Science. 1995. Vol. 270. N 5238. P. 974.
- [12] Разумовская И.В., Мухина Л.Л., Бартенев Г.М. // Новое в области испытаний на микротвердость. М.: Наука, 1974. С. 228–232.
- [13] Merino J.C., Martin B., Pastor J.M. // Meas. Sci. Technol. 1991. Vol. 2. N 8. P. 740.
- [14] Ni B.Y., Bisson G.R., Tsou A.H. // Mat. Res. Soc. Symp. Proc. 1993. Vol. 308. P. 489.
- [15] Головин Ю.И., Иволгин И.В., Коренков В.В., Тюрин А.И. // Письма в ЖТФ. 1997. Т. 23. Вып. 16. С. 15.
- [16] Головин Ю.И., Тюрин А.И., Иволгин И.В., Коренков В.В. // ЖТФ. 2000. Т. 70. Вып. 5. С. 82.
- [17] Головин Ю.И., Иволгин И.В., Рябко Р.И. // Письма в ЖТФ. 2004. Т. 30. Вып. 5. С. 64.
- [18] Adams M.J., Gorman C.B., Johnson S.A. // Phil. Mag. A. 2002. Vol. 82. N 10. P. 2121.
- [19] Lee E.H., Lee Y., Oliver W.C., Mansur L.K. // J. Mater. Res. 1993. Vol. 8. N 2. P. 377.
- [20] Salminia A., Galstian T., Villeneuve A. // Phys. Rev. Lett. 2000. Vol. 85. P. 4112.
- [21] Kobayashi M., Iwata H., Horiguchi T., Endo S. // Phys. Stat. Sol. (a). 1996. Vol. 198. P. 521.
- [22] Ashby M.F., Jones D.R.H. // Engineering materials. Oxford, UK: Pergamon Press, 1986. P. 31.
- [23] Чернов А.П., Дембовский С.А., Чистов С.Ф. // Неорг. матер. 1968. Т. 4. № 10. С. 1658.
- [24] Bernatz K.M., Echeverria I., Simon S.L., Plazek D.J. // J. Non-Cryst. Solids. 2002. Vol. 307–310. N 3. P. 790.
- [25] Немилев С.В. // ФХС. 1977. Т. 3. № 2. С. 148.
- [26] Разумовская И.В., Мухина Л.Л., Бартенев Г.М. // ДАН СССР. 1973. Т. 213. № 4. С. 822.