

05

## **Вязкоупругое восстановление различных материалов в области динамического наноконтакта**

© Ю.И. Головин, В.И. Иволгин, Р.И. Рябко

Тамбовский государственный университет им. Г.Р. Державина  
E-mail: golovin@tsu.tmb.ru

*Поступило в Редакцию 13 августа 2003 г.*

Исследовано упругое и вязкоупругое восстановление локально деформированной области субмикронных размеров в твердых телах различной природы, выявлено влияние масштабного и скоростного фактора на его параметры.

В последнее время ряд отечественных и зарубежных фирм (IBM, Hewlett-Packard, Hitachi, Nanochip, Seagate) ведут интенсивную разработку устройств высокоплотной записи информации методом динамического локального деформирования поверхности носителя [1,2]. Такой способ предполагает детальное знание механических свойств материала в субмикромасштабе, которые по ряду причин могут сильно отличаться от соответствующих макроскопических. Величина и кинетика упругого и вязкоупругого восстановления при разгрузке, совершенно не изученная в условиях кратковременного локального нагружения, может определять 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.

Величины упругого восстановления размеров отпечатка в различных материалах для глубин  $h > 1 \mu\text{m}$  ранее приводились в [3,4]. Вязкоупругое восстановление авторы исследовали лишь для полимерных материалов, считая его величину в материалах других классов пренебрежимо малой либо равной нулю. Кинетика вязкоупругого восстановления в полиметилметакрилате (ПММА), полиэтилене и в желатиновой пленке исследована в [5–7] с временным разрешением около 1 с.

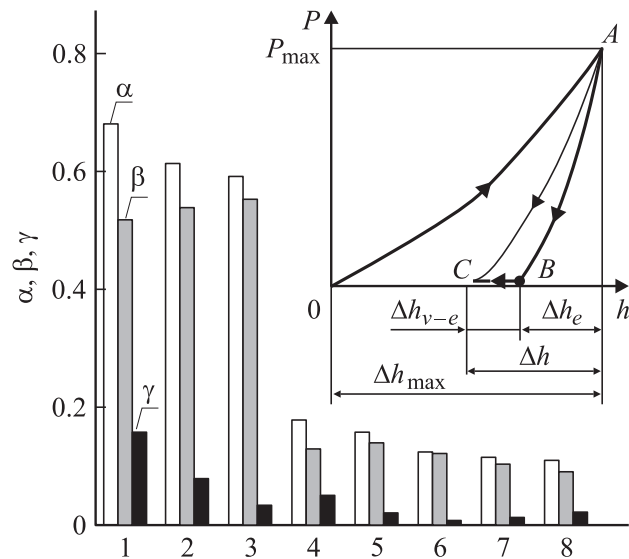
Инструментальное наноиндентирование с его высоким пространственным и временным разрешением позволяет моделировать вышеописанные ситуации в хорошо контролируемых условиях, что достигается непрерывной записью изменения глубины внедрения  $h$  в образец как функции нагрузки  $P$ . Это обеспечивает получение ценной информации о кинетике и механизмах локальной деформации материала, его структуре под индентором и др. Современные нанотестеры дают возможность исследовать времязависимые характеристики материала как на стадии погружения, так и на стадии упругого и вязкоупругого восстановления отпечатка после разгрузки [8,9].

Целью работы было выяснение влияния масштабного фактора на упругое и вязкоупругое восстановление при динамическом нано- и микроконтакте острого индентора в твердых телах различной природы (ионных и ковалентных кристаллах, металлах и сплавах, полимерных материалах и керамике).

В качестве исследуемых материалов были выбраны полиметилметакрилат (ПММА), керамика на основе  $ZrO_2$ , монокристаллические LiF и Ge, поликристаллические Al и Cu, сплав Вуда (Bi 50%, Pb 25%, Sn 12.5%, Cd 12.5%) и сплав Роуза (Bi 50%, Pb 28%, Sn 22%), представляющие основные группы твердых тел по величинам твердости, природе сил связи и микромеханизмам пластической деформации.

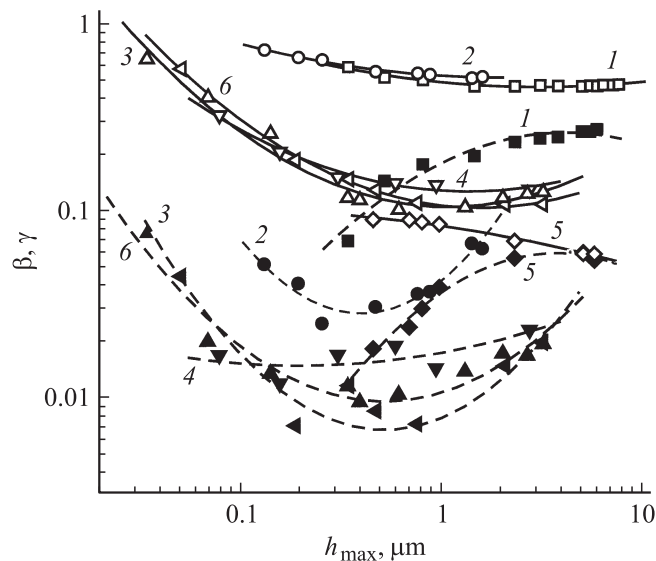
Все измерения проводились при температуре 296 К с использованием оригинального наноиндентометра с высоким пространственным (до 1 nm) и временным разрешением ( $50 \mu s$ ) (более подробно см. [8]). Индентором служила трехгранная алмазная пирамидка Берковича. В первой серии опытов она внедрялась в полированную поверхность под действием треугольного импульса силы с различными значениями амплитуды  $P_{max}$  от 4 до 235 mN, чтобы при времени нарастания силы  $\tau_1 = 10$  s и ее спада  $\tau_2 = 200$  ms в различных материалах достигалась одна и та же максимальная динамическая глубина отпечатка  $h_{max} = 650$  nm. Для сохранения надежного контакта индентора с отпечатком 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.

Были измерены величины „мгновенного“ упругого  $\Delta h_e$  (реально за него принимали восстановление, происходившее за время разгрузки, т.е.  $\tau_2 = 200$  ms), вязкоупругого  $\Delta h_{v-e}$ , произошедшего в течение



**Рис. 1.** Диаграмма относительных величин восстановления глубины отпечатка для различных материалов: полного ( $\alpha = \Delta h/h_{\max}$ ), упругого ( $\beta = \Delta h_e/h_{\max}$ ) и вязкоупругого ( $\gamma = \Delta h_{v-e}/h_{\max}$ ) для ПММА (1), ZrO<sub>2</sub> (2), Ge (3), сплава Вуда (4), LiF (5), Al (6), Cu (7) и сплава Роуза (8). Максимальная динамическая глубина отпечатка  $h_{\max}$  для всех материалов равна 650 нм. На врезке схематически показана  $P-h$  диаграмма (нагрузка–глубина) при индентировании;  $AB$  — кривая чисто упругого восстановления при быстрой разгрузке;  $BC$  — вязкоупругое восстановление после разгрузки;  $AC$  — кривая восстановления при медленной разгрузке.

$\tau_3 = 25$  s после полного разгружения, а также полного восстановления  $\Delta h$  за время  $\tau = \tau_2 + \tau_3$ , нормированных на  $h_{\max}$ . Соотношения этих величин для разных материалов приведены на рис. 1. Обнаружено, что при фиксированном значении  $h_{\max} = 650$  нм  $\beta = \Delta h_e/h_{\max}$  достигала в Ge, керамике на основе ZrO<sub>2</sub> 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).



**Рис. 2.** Зависимости:  $\beta$  (упругого восстановления) — светлые маркеры, сплошные линии, и  $\gamma$  (вязкоупругого восстановления) — темные маркеры, пунктирные линии, от максимальной глубины индентирования для ПММА (1), Ge (2), Cu (3), LiF (4), сплава Роуза (5) и Al (6).

В результате проведенных экспериментов по исследованию зависимостей  $\Delta h$ ,  $\Delta h_e$  и  $\Delta h_{v-e}$  от максимальной глубины внедрения индентора была обнаружена значительная чувствительность вышеперечисленных величин к масштабному фактору, особенно в области глубин  $50 \text{ nm} < h_{\text{max}} < 1 \text{ }\mu\text{m}$  (рис. 2). В этом интервале с уменьшением  $h_{\text{max}}$  величина упругого восстановления в металлах, ионных и ковалентных кристаллах (восстановление в которых носит в основном упругий характер) возрастала в 2 и более раза. В ПММА и сплаве Роуза в той же области глубин  $\Delta h_e$  менялась на 10–30%, тогда как  $\delta h_{v-e}$  — более чем в 2 раза. В Ge и Cu наблюдался эффект значительного увеличения  $\Delta h_{v-e}$  в интервале  $50 < h < 200 \text{ nm}$ .

Обнаружено также, что для всех исследованных материалов полное восстановление зависит от скорости нарастания нагрузки  $R = dP/dt$ . С увеличением  $R$  от 2 мН/с до 1 Н/с (ее изменение достигалось

уменьшением  $\tau_1$  вплоть до 0.05 s при различных  $P_{\max}$ ),  $\alpha = \Delta h/h_{\max}$  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  $\delta h_{v-e}$  даже превышала  $\Delta h_e$ . Кроме того, с возрастанием  $R$  в вышеуказанных пределах доля  $\Delta h_{v-e}$  в полном восстановлении уменьшалась от 1.5 раза 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 достаточно высокие скорости разгрузки и съема данных ( $50 \mu\text{s}$  между отдельными измерениями) были недостаточны для исключения подобной погрешности в полной мере.

В материалах с  $\beta > \gamma$  наиболее чувствительной к изменению глубины оказалась величина  $\Delta h_e$ , тогда как в твердых телах, для которых  $\beta \approx \gamma$  (ПММА и сплав Роуза), переход в область малых глубин индентирования оказал значительное влияние на  $\Delta h_{v-e}$ . С уменьшением глубины все более возрастает доля упругого и падает доля вязкоупругого восстановления, что характерно для всех исследованных твердых тел. Этот эффект, возможно, обусловлен тем, что с переходом в область малых глубин часть вязкоупругих механизмов восстановления блокируется (что и дает рост доли  $\Delta h_e$ ). Возрастание величины  $\gamma$  в области  $h < 200 \text{ nm}$  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 дислокаций — падает [9,10].

Таким образом, в настоящей работе методом динамического наноиндентирования впервые проведено исследование соотношения упругой и вязкоупругой компонент восстановления для твердых тел различной природы, получены зависимости исследуемых величин от скорости нагружения, а также выявлена их чувствительность к масштабному фактору. Установлено, что при одинаковых условиях нагружения величины  $\beta$  и  $\gamma$  для всех исследованных твердых тел различны и потому могут

рассматриваться как характерные параметры материала. Разработана методика, позволяющая определять влияние масштабного эффекта на кинетику восстановления, а также ее скоростную чувствительность, что может иметь практическое значение, например при создании устройств высокоплотной записи информации, построенных на принципе наноиндентирования.

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 01-02-16573) и Министерства образования РФ, грант в области естественных наук (шифр Е00-3.4-263).

## Список литературы

- [1] *Binnig G., Rohrer H.* // *Reviews of Modern Physics*. 1999. V. 71. N 2. P. 324–330.
- [2] *Vettiger P., Cross G., Despont M.* et al. // *IEEE Transactions on Nanotechnology*. March 2002. V. 1. N 1. P. 39–55.
- [3] *Булычев С.И., Алехин В.П.* Испытание материалов непрерывным вдавливанием индентора. М.: Машиностроение, 1990. 224 с.
- [4] *Боярская Ю.С., Грабко Д.З., Кац М.С.* Физика процессов микроиндентирования. Кишинев: Штиинца, 1986. 294 с.
- [5] *Merino J.C., Martin B., Pastor J.M.* // *Meas. Sci. Technol.* 1991. V. 2. N 8. P. 740–743.
- [6] *Adams M.J., Gorman D.M., Johnson S.A.* et al. // *Phil. Mag. A*. 2002. V. 82. N 10. P. 2121–2131.
- [7] *Ni B.Y., Bisson G.R., Tsou A.H.* // *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* 1993. V. 308. P. 489–494.
- [8] *Головин Ю.И., Тюрин А.И., Иволгин В.И.* и др. // *ЖТФ*. 2000. Т. 70. В. 5. С. 82–91.
- [9] *Головин Ю.И., Тюрин А.И.* // *Материаловедение*. 2001. № 1. С. 14–22; № 2. С. 19–27.
- [10] *Golovin Yu.I., Tyurin A.I., Farber B.Y.* // *J. of Mater. Science*. 2002. V. 37. N 2. P. 895–904.