

Испытания проводились на специально разработанной установке по динамическому индентированию. В качестве индентора использовалась стандартная пирамида Берковича. Диапазон скоростей относительной деформации $\dot{\epsilon}$ составлял от 10^{-2} до 10^2 с^{-1} . Установлено, что в исследованном материале при постоянной температуре и нагрузке $P = 158 \text{ мН}$ трещины около отпечатка появляются в интервале $\dot{\epsilon}$ от 0,05 до 100 с^{-1} и отсутствуют при $\dot{\epsilon}$ от 0,01 до 0,05 с^{-1} .

При постоянной глубине пластического отпечатка $h_c = 1,73 \text{ мкм}$ трещины образуются в том же интервале скоростей относительной деформации. Коэффициент трещиностойкости $K_{Ic} = 0,054 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$ в диапазоне $\dot{\epsilon}$ от 0,05 до 100 с^{-1} начинает интенсивно возрастать при $\dot{\epsilon} < 0,05 \text{ с}^{-1}$ (рис. 1).

Таким образом, в данной работе установлена зависимость длины трещины S и коэффициента трещиностойкости K_{Ic} PbWO_4 в зависимости от глубины, величины действующей силы и скорости относительной деформации.

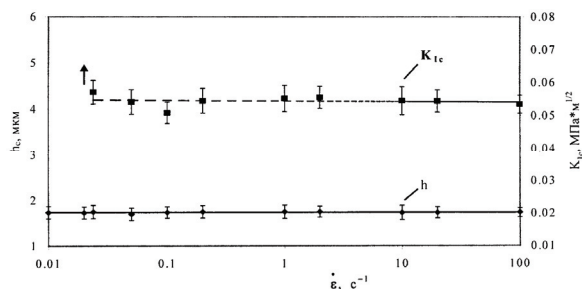


Рис. 1. Зависимость K_{Ic} от скорости относительной деформации $\dot{\epsilon}$ при постоянной глубине отпечатка $h_c = 1,73 \text{ мкм}$

БЛАГОДАРНОСТИ: Работа выполнена при поддержке РФФИ, грант № 04-02-17198 и Министерства образования РФ, грант в области естественных наук (шифр Е02-3.4-263).

НЕУСТОЙЧИВАЯ ДЕФОРМАЦИЯ ПРИ ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЯХ И РАЗРУШЕНИИ ТВЕРДЫХ ТЕЛ В ПРОЦЕССЕ НЕПРЕРЫВНОГО ВДАВЛИВАНИЯ ИНДЕНТОРА

© В.В. Коренков, Н.В. Коренкова

Как известно, 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.

Интенсивное развитие в последнее десятилетие методов атомно-силовой микроскопии и динамического наноиндентирования обеспечило возможность исследования механических свойств в нанобъемах, а в пределе — на уровне отдельных молекул или небольших групп атомов. Это дало возможность по-новому взглянуть на ряд фундаментальных нерешенных проблем физики прочности и пластичности.

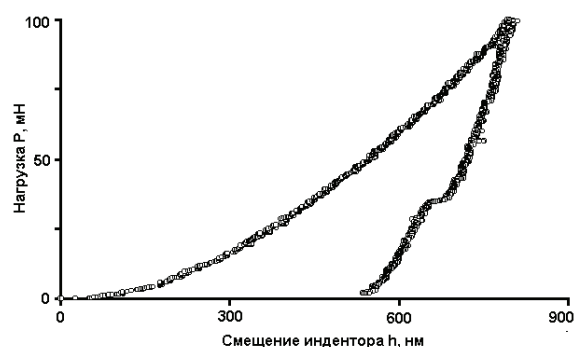
Механические свойства большинства материалов испытывают значительные изменения в субмикронных масштабах, особенно сильные в областях с характерными размерами $L \leq 100 \text{ нм}$. Отсюда вытекает необходимость их изучения, выяснения физических причин и механизмов масштабных эффектов и кинетических процессов в этих условиях. В работе представлены данные, относящиеся к процессам фазовых превращений и зарождения микротрещин в различных кристаллических, квазикристаллических и аморфных материалах в условиях локального деформирования субмикробъемов.

Для исследования механических свойств и поведения различных твердых тел в наномасштабе в работе ис-

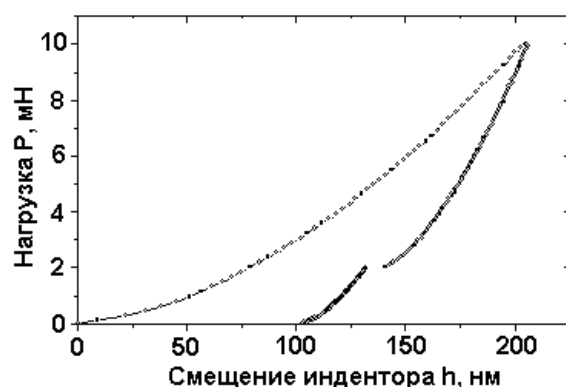
пользовался метод динамического наноиндентирования. Он заключается в прецизионном локальном нагружении поверхности материала хорошо аттестованным острым зондом (алмазным индентором Берковича с радиусом сферического притупления вершины $R \sim 150 \text{ нм}$) с одновременной непрерывной регистрацией кинетики его погружения. Непрерывное наноиндентирование обеспечивает сканирование по размерам деформированной области и скорости относительной деформации на несколько порядков величины во время одного испытания. Это позволяет получить большой объем информации с одного образца, не разрушая его.

Результаты были получены с помощью нескольких моделей нанотвердомеров, отличающихся своими техническими характеристиками и возможностями: ультрамикротвердомера DUN-W201E фирмы Shimadzu и динамических нанотвердомеров оригинальной конструкции, разработанных в лаборатории наномеханики ТГУ. Последние, наряду с высокой разрешающей способностью по смещению индентора ($\sim 0,1 \text{ нм}$), обеспечивали дискретизацию отсчетов на уровне до 50 мкс (против 50 мс у DUN-W201E).

Исследования микроструктуры и аттестацию инденторов в работе проводили на атомно-силовом микроскопе Solver-LS, работавшем в бесконтактной и латеральной моде. Это позволяло визуализировать отпечатки глубиной до 50 нм и исследовать тонкую структуру поверхности как вокруг отпечатка, так и внутри него.



(а)



(б)

Рис. 1. Неустойчивая деформация при наноиндентировании кремния, обусловленная фазовым переходом под индентором (а) и образованием радиальной трещины (б)

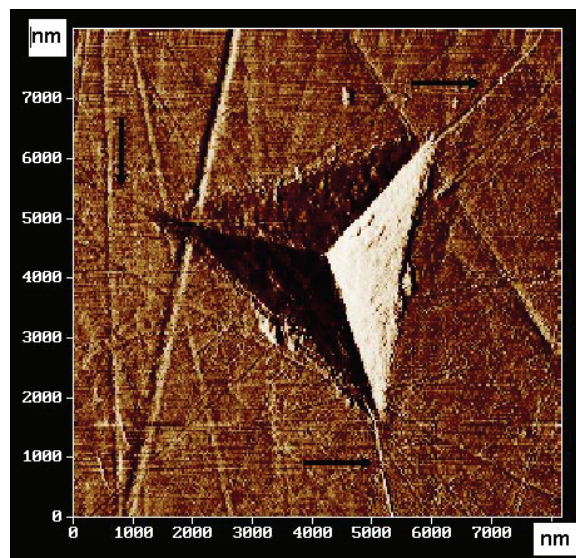


Рис. 2. Атомно-силовое изображение отпечатка индентора Берковича, полученного при нагрузке $P_{\max} = 100$ мН (соответствует диаграмме нагружения на рис. 1б)

Установлено, что в процессе непрерывного вдавливания индентора в силу различных обстоятельств могут возникать различного рода неустойчивости пластиче-

ского течения материала. Достоверно выявлены, по меньшей мере, 5 основных причин неустойчивости деформации в субмикрообъемах: скачкообразное зарождение и перемещение дислокаций, динамическое деформационное старение, индуцированные деформацией фазовые полиморфные превращения, локализация деформации в полосах сдвига и двойниках, и, наконец, образование и рост микротрещин. В некоторых материалах возможна последовательная смена различных механизмов неустойчивой деформации, иногда несколько механизмов неустойчивости могут действовать одновременно.

Как правило, неустойчивость деформации при наноиндентировании выражается в появлении характерного события – скачка или изменения наклона диаграммы нагружения индентора (рис. 1). Выявить причину и механизм такой неустойчивости без привлечения независимых методов исследования очень сложно. Например, образование радиальных микротрещин под индентором может маскировать фазовый переход или локализацию деформации в полосах сдвига, которые также идентифицируются по характерным скачкам на кривых нагружения или разгрузки индентора. Применение атомно-силового микроскопа (разрешающая способность которого 0,1 нм) для визуализации отпечатков в наномасштабе позволяет надежно установить факт образования микротрещин, и только при их отсутствии обсуждать другие возможные механизмы неустойчивой деформации.

Для большинства материалов давление фазового превращения намного выше напряжений начала пластической деформации, и поэтому фазовые превращения 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 упруго-пластическому деформированию может значительно увеличиться, что повышает вероятность образования новых фаз и расширяет круг материалов, в которых может наблюдаться фазовый переход при наноиндентировании. Используя метод многократного нагружения отпечатка, при котором скорость изменения нагрузки возрастает от цикла к циклу, мы обнаружили фазовые переходы не только в ковалентных кристаллах (Si, Ge), но и в ионно-ковалентных (CaF_2), квазикристаллах (Y–Mg–Zn), интерметаллидах (TiNi).

С другой стороны, увеличение нагрузки при индентировании жестких материалов, таких как ковалентные кристаллы, может приводить к образованию трещин. В кремнии, например, неустойчивая деформация, связанная и с фазовым превращением (рис. 1а) и трещинообразованием (рис. 1б), может наблюдаться при разгрузке отпечатка, только предельная нагрузка во втором случае на порядок величины больше.

Сканирование отпечатков в атомно-силовом микроскопе позволяет надежно определить не только сам факт образования радиальных микротрещин, но и определить их размеры (рис. 2). Это обстоятельство делает возможным оценку динамической вязкости разрушения материалов K_{Ic} в наномасштабе точно так же, как с помощью оптического микроскопа – в микромасштабе. Мы установили, что K_{Ic} практически не изменяется при варьировании размеров отпечатка почти на два порядка

величины. В то же время, динамическая вязкость разрушения кремния скачкообразно возрастает с ростом скорости деформирования как в макро-, так и наномасштабе. Это дает основание полагать, что наблюдаемое резкое блокирование трещинообразования в условиях локального высокоскоростного деформирования обусловлено тем, что пластическое течение в этих условиях происходит за счет генерирования и перемещения не дислокаций, а точечных дефектов.

Таким образом, представленные результаты показывают, что нестабильная деформация в субмикромасштабах твердых тел действительно может иметь различную природу в зависимости от рода материала, размеров зоны деформирования и условий нагружения. Высокое временное и пространственное разрешение динамических наноиндентометров позволяет исследовать

кинетику и динамику таких важнейших для формирования механических свойств элементарных актов, как образования и роста зародышей новой фазы в области высокого давления и момента появления микротрещин. Установленные закономерности поведения материалов в наномасштабе открывают перспективы улучшения служебных свойств тонких покрытий, субмикромасштабов материалов, наномашин и т. п., а также совершенствования технологических процессов, связанных с тонкой механической обработкой, помолотом и спеканием.

БЛАГОДАРНОСТИ: Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, грант № 04-02-17198 и Министерства образования и науки РФ, грант № Е02-3.4-263.

КИНЕТИЧЕСКИЕ ОСОБЕННОСТИ ДЕФОРМИРОВАНИЯ ОБЪЕМНОГО АМОРФНОГО СПЛАВА $Zr_{46,8}Ti_8Cu_{7,5}Ni_{10}Be_{27,5}$ ПРИ НАНОИНДЕНТИРОВАНИИ

© А.И. Тюрин, В.И. Иволгин, С.В. Потапов, В.З. Бенгус, Е.В. Табачникова

Исследование пластической деформации объемных аморфных металлических сплавов в микро- и наномасштабах может быть осуществлено методами динамического наноиндентирования. Поэтому цель настоящей работы заключалась в определении кинетики пластической деформации при наноиндентировании, выявления областей устойчивого (монотонного) и неустойчивого (скачкообразного) пластического течения объемного аморфного сплава $Zr_{46,8}Ti_8Cu_{7,5}Ni_{10}Be_{27,5}$ в условиях локального деформирования с различной скоростью и на разную глубину, а также выяснения параметров и роли скачков в суммарном массопереносе материала из-под индентора.

Исследования проводили при комнатной температуре на специально разработанном динамическом наноиндентометре, имеющем разрешение по перемещению (до 1 нм), по силе (до 0,4 мН) и по времени (до 50 мкс). В качестве индентора была использована стандартная пирамида Берковича.

Нагружение осуществляли треугольным импульсом силы с амплитудой до 80 мН и длительностью от 20 мс до 500 с и синхронно регистрировали зависимости $P(t)$ и $h(t)$ или $P(h)$. В описанных условиях испытаний максимальная глубина отпечатка в исследуемом

сплаве составляла 800–900 нм, а трещины, которые могут быть обнаружены в оптическом микроскопе, отсутствовали.

Анализ полученных данных позволил выявить скачкообразные моды пластического течения в аморфном сплаве $Zr_{46,8}Ti_8Cu_{7,5}Ni_{10}Be_{27,5}$, и показал, что скачки деформации могут возникать как в фазе роста усилия вдавливания, так и в процессе разгрузки, но не во всей исследованной области параметров нагружения. При этом число скачков в одном цикле индентирования, при заданном значении амплитуды действующей силы $P = 80$ мН, составляет порядка 5–7 штук и практически не зависит от $\dot{\epsilon}$ в диапазоне от 0,02 до 20 с⁻¹. Кроме того, определены основные характеристики скачков: их амплитуда, количество, доля в массопереносе из-под индентора и область появления скачков на диаграмме $P(h)$, а также установлены границы области существования скачкообразной моды течения при наноиндентировании в фазовом пространстве $h - \dot{\epsilon}$.

БЛАГОДАРНОСТИ: Работа выполнена при поддержке РФФИ, грант № 04-02-17198 и Министерства образования РФ, грант в области естественных наук (шифр Е02-3.4-263).