

## ВЛИЯНИЕ СКОРОСТИ ОТНОСИТЕЛЬНОЙ ДЕФОРМАЦИИ НА ВЕЛИЧИНУ ТРЕЩИНОСТОЙКОСТИ Si и Ge ПРИ ДИНАМИЧЕСКОМ МИКРОИНДЕНТИРОВАНИИ

© А.И. Тюрин, Г.В. Поверина, А.М. Куприякин

Tyurin A.I., Poverinova G.V., Kupriyakin A.M. Influence of speed of relative deformation on the size of crack resistance Si and Ge at dynamic micro-indentation. The method of dynamic indentation was applied to the investigation of influence

of speed of relative deformation (in a range  $\langle \epsilon \rangle$  from  $10^{-2}$  up to  $10^2$  with-1) on a number of strength characteristics ( $K_{Ic}$ ,  $a$ ,  $g$ ,  $W_p$ ) Si and Ge at a room temperature.

Исследование вязко-хрупкого перехода в зависимости от различных условий воздействия (тепловых, механических, электромагнитных и др.) на материал имеет большое значение для обеспечения надежности работы различных конструкций, сооружений, приборов и т. д. Как правило, с падением температуры и ростом скорости нагружения большинство материалов проявляют склонность к охрупчиванию, что представляет большую опасность во время эксплуатации оборудования.

Для исследования прочностных свойств материала и вязко-хрупкого перехода в микрообъеме без разрушения всего исследуемого образца обычно используют методику микроиндентирования [1–6]. При этом о трещиностойкости материала судят по виду и размеру трещин, появляющихся около отпечатка индентора [1–4]. Однако систематических исследований в области динамического нагружения до сих пор не проведено.

Традиционно при микроиндентировании исследуются диапазоны сравнительно низких скоростей относительной деформации  $\epsilon$  (как правило, от  $10^{-3}$  до  $10^0$  с $^{-1}$  [5–11]), или очень высокие значения  $\epsilon$  (порядка  $10^4$ – $10^5$  с $^{-1}$ , см., например [12, 13]).

Обычно с ростом  $\epsilon$  вероятность хрупкого разрушения парастает. Однако систематических исследований при локальном нагружении в широком диапазоне  $\epsilon$  не приведено, а в литературе имеется достаточно ограниченное число работ. При этом в ряде материалов наблюдается, на первый взгляд, «аномальное» поведение, когда вязкость разрушения не уменьшается, а наоборот растет с ростом скорости нагружения. Так, например, при индентировании MgO-PSZ циркониевой керамики отмечается рост вязкости разрушения в ударном отпечатке ( $\epsilon$  порядка  $10^4$  с $^{-1}$ ) по сравнению с отпечатком, нанесенном при статическом нагружении ( $\epsilon$  порядка  $10^{-3}$  с $^{-1}$ ) [12].

Однако в диапазоне  $\epsilon$  от  $10^{-2}$  до  $10^4$  с $^{-1}$ , который имеет гораздо большее значение для практики (запись и считывание информации на механический носитель атомарно острыми иглами; наномеханические и наноэлектромеханические системы; нанолитография; импринтнг; атомно-силовая микроскопия; атомные

манипуляции и дизайн; нанотрибология – царапанис, трение и износ в наномасштабе; абразивный, микроабразивный и эрозийный износ; сухое трение; тонкий помол и механическое сплавление и др.), в большинстве случаев отсутствуют данные о скоростной зависимости хрупкости и пластичности материала в условиях действия высоких локальных напряжений. Вместе с тем именно эти служебные свойства материала в условиях быстрого локального нагружения тонких приповерхностных слоев материала играют все большую роль. При этом соотношение между объемными и приповерхностными процессами все больше меняется в пользу последних, особенно в связи с созданием и эксплуатацией наноприборов, наномашин, наноматериалов нового поколения и др.

Поэтому в настоящей работе ставилась цель исследовать процессы образования трещин, а также ряда прочностных характеристик монокристаллов Si и Ge при динамическом микроиндентировании в диапазоне  $\epsilon$  от  $10^{-2}$  до  $10^2$  с $^{-1}$ .

Локализовать область высоких напряжений, необходимых для испытания на трещиностойкость хрупких материалов, и варьировать скорость относительной деформации в больших пределах позволяет метод динамического нано- и микроиндентирования [12–14].

Индентирование осуществляли на динамическом компьютеризированном наногестере собственной конструкции, достаточно подробно описанном в работе [14]. В качестве индентора использовалась трехгранная пирамида Берковича. Нагружение осуществляли симметричным треугольным импульсом нагрузки варьруемой амплитуды  $P_{max}$  (от 50 до 400 мН) и длительности фронта нагружения  $\tau_f$  (от 10 мс до 100 с). Это позволяло проводить исследования при средних скоростях относительной деформации  $\langle \epsilon \rangle \approx (dh/dt)/h \sim 1/\tau_f$ , от  $10^{-2}$  до  $10^2$  с $^{-1}$ .

Выявление трещин и определение их размера после разгрузки отпечатка осуществляли с помощью оптической микроскопии и микроинтерферометрии, а также атомно-силовом микроскопе типа Solver – LS.

При низкой скорости относительной деформации ( $\langle \epsilon \rangle \sim 10^{-2}$  с $^{-1}$ ) трещины в исследуемых кристаллах образуются в достаточно низком интервале исследуемых  $P_{max}$  и глубин пластического отпечатка  $h_c$ . Так, например,

при индентировании кремния при  $\langle \dot{\epsilon} \rangle \sim 0.02 \text{ с}^{-1}$  трещины выявляются в интервале  $h_c$  от 500 до 1200 нм и  $P_{max}$  от 100 до 360 мН (рис. 1).

Наличие скоростной зависимости твердости  $H \sim P_{max}/A_c$  для Si и Ge [15–17] приводит к уменьшению размера отпечатка с ростом  $\langle \dot{\epsilon} \rangle$ . Здесь  $A_c$  – значение площади контакта в пластическом отпечатке с учетом конечного радиуса закругления реального индентора в момент достижения  $P_{max}$ . Зависимость  $A_c = f(h_c)$  при наноиндентировании обычно интерполируется полиномиальной функцией, коэффициенты в которой определяются по методике Оливера – Фарра [18, 19]. Для используемого в работе индентора

$$A_c = 24.5h_c^2 - 1000h_c + 14000h_c^{1/2} - 20000h_c^{1/4} + 100000h_c^{1/8}.$$

Поэтому для исключения влияния масштабного фактора на процессы трещинообразования при индентировании исследования влияния скорости относительной деформации были проведены при постоянном значении максимального значения глубины пластического отпечатка  $h_c$ .

Величина  $h_c$  подбиралась для каждого материала таким образом, чтобы в исследуемом интервале  $\langle \dot{\epsilon} \rangle$  обеспечить переход от отпечатка с трещинами к отпечатку без трещин. Проведенные исследования показали, что вязко-хрупкий переход в исследованном диапазоне  $\langle \dot{\epsilon} \rangle$  лежит в узких границах  $h_c' < h_c < h_c''$ . При достижении некоторой величины  $h_c > h_c''$  трещины образовывались во всем исследуемом диапазоне  $\langle \dot{\epsilon} \rangle$ , а при  $h_c < h_c'$  – трещины отсутствовали.

При условии постоянства величины  $h_c = 700 \text{ нм}$  в Si трещины образуются в интервале  $\langle \dot{\epsilon} \rangle$  от  $10^{-2}$  до  $1 \text{ с}^{-1}$  и отсутствуют в интервале от 1 до  $10^2 \text{ с}^{-1}$ . В Ge при  $h_c = 640 \text{ нм}$  трещины образуются и отсутствуют соответственно в интервалах  $\langle \dot{\epsilon} \rangle$  от  $10^{-2}$  до  $0.5 \text{ с}^{-1}$  и от 1 до  $10^2 \text{ с}^{-1}$ . Размер трещин в зависимости от  $\langle \dot{\epsilon} \rangle$  для исследованных материалов (Si и Ge) показаны на рис. 2.

Образование трещин около отпечатка позволяет определять целый ряд величин, характеризующих прочностные свойства материала при динамическом индентировании:

– трещиностойкость  $K_{Ic}$  (критический коэффициент интенсивности напряжений I-го рода). Величина  $K_{Ic}$  определяется обычно [1–3, 5, 10] соотношением вида

$$K_{Ic} = k(E/H)^{1/2} P/C^{3/2}, \quad (1)$$

где  $k$  – коэффициент, зависящий от формы применяемого индентора (для индентора Берковича  $k = 0.016$  [1–3]),  $E$  – модуль Юнга исследуемого материала,  $P$  – нагрузка, прикладываемая к индентору,  $C$  – длина трещины (схематически показана на врезке рис. 2);

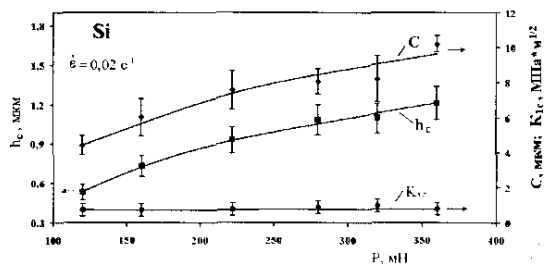


Рис. 1. Зависимость длины трещины  $C$ , глубины пластического отпечатка  $h_c$  и коэффициента трещиностойкости  $K_{Ic}$  для Si от  $P_{max}$  при постоянной скорости относительной деформации  $\langle \dot{\epsilon} \rangle = 0.02 \text{ с}^{-1}$

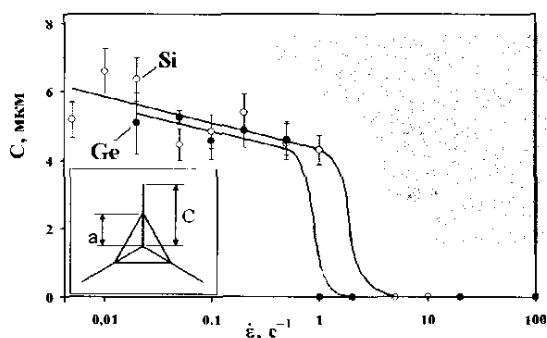


Рис. 2. Зависимость длины трещины  $C$  при динамическом индентировании Si и Ge от скорости относительной деформации  $\langle \dot{\epsilon} \rangle$ , при постоянном значении глубины пластического отпечатка  $h_c$ . Для Si величина  $h_c = 700 \text{ нм}$ , для Ge –  $h_c = 640 \text{ нм}$ . На врезке показано схематическое изображение отпечатка индентора, длины трещины  $C$  и высоты проекции отпечатка на поверхность образца –  $a$

– параметр Палмквиста  $\alpha$  (отношение суммарной длины трещин к нагрузке) [3]

$$\alpha = \left[ \sum_{i=1}^n (C - a)_i \right] / P, \quad (2)$$

здесь  $a$  – высота проекции отпечатка на поверхность образца (схематически показана на врезке рис. 2);

– микрохрупкость  $\gamma$  (отношение площадей поврежденной зоны и отпечатка) [3, 20]

$$\gamma = (C/a)^2 - 1; \quad (3)$$

– поверхностную энергию разрушения  $W_p$  [3, 21]

$$W_p = K_{Ic}(1 - \nu^2)/(2E), \quad (4)$$

здесь  $\nu$  – коэффициент Пуассона исследуемого материала.

Определение всех перечисленных величин в интервале  $\langle \dot{\epsilon} \rangle$  от  $10^{-2}$  до  $10^2 \text{ с}^{-1}$  показано на рис. 3. Из него видно, что при  $h_c = 700 \text{ нм}$  (для Si) и  $h_c = 640 \text{ нм}$  (для

Ge) в исследованном диапазоне  $\langle \varepsilon \rangle$  существует критическое значение  $\langle \varepsilon \rangle_c$ , выше которого трещины около углов отпечатка не образуются и скачком меняются величины  $K_{Ic}$ ,  $\alpha$ ,  $\gamma$  и  $W_p$ . При этом критическом значении  $\langle \varepsilon \rangle > K_{Ic}$  и  $W_p$  начинают резко возрастать (показано на рисунке стрелками), а  $\alpha$  и  $\gamma$  — стремятся к своим наименьшим значениям.

Кратко обесудим возможные причины уменьшения трещинообразования с ростом  $\langle \varepsilon \rangle$ . Зарождение трещин в монокристаллах около отпечатка может быть обусловлено рядом причин, среди которых в литературе наиболее обсуждаемыми являются:

- взаимодействие дислокаций, создаваемых вдавливающимся индентором;
- слияние вакансий, вызывающее «разрыхление» материала и образование микропор, которые могут стать зародышами микротрещин;
- образование трещин на границе раздела двух фаз при формировании новой фазы в процессе индентирования.

Рассмотрим условия влияния  $\varepsilon$  на возможные процессы трещинообразования. Так, повышение  $\varepsilon$  при  $h_c = \text{const}$  создает рост неравновесности элементов структуры и большие локальные напряжения, вследствие роста  $H$  из-за существующей скоростной зависимости. Это обеспечивает рост скорости деформирования и большой градиент локальных напряжений под индентором. Следствием этого должно быть увеличение потока вакансий и/или облегчение условий осуществления фазовых переходов. Поэтому, если трещинообразование обусловлено этими механизмами, то рост  $\langle \varepsilon \rangle$  должен приводить к облегчению условий зарождения трещин и как следствие – снижению величины  $K_{Ic}$  (или по крайней мере его неубывание). Однако на

практике величина  $K_{Ic}$  с ростом  $\langle \varepsilon \rangle$  не уменьшается, а даже растет и при некотором критическом значении  $\langle \varepsilon \rangle$  трещины перестают образовываться (рис. 2 и 3). Это делает маловероятным трещинообразование за счет механизмов, обусловленных вакансионной пластичностью и фазовыми переходами.

Механизм зарождения трещин за счет взаимодействия дислокаций, осуществляющих пластическую деформацию под индентором, при действии на ковалентные кристаллы сосредоточенной нагрузки, рассматривается авторами [4, 7]. Наличие дислокаций около отпечатка в виде дислокационных розеток подтверждается методами электронной микроскопии и рентгеновской топографии [7, 22]. Кроме того, о зарождении и движении дислокаций в процессе пластической деформации Si при комнатной температуре сообщается в работах [22, 23]. Но при этом даже сами авторы этих работ высказывают сомнения относительно прямого доказательства наличия дислокаций около отпечатка в Si при комнатной температуре (см., например, [7, 10]). Утверждается [7, 22], что выявленные дислокации не являются термически активируемыми в интервале тем-

ператур от 20 до 350 °C. Вместе с тем авторы работы [10] травлением при комнатной температуре не выявили дислокационных розеток в Si около отпечатка.

С другой стороны известно, что доминирующими в процессе пластической деформации при действии высоких локальных напряжений при комнатной температуре могут быть механизмы, не связанные с зарождением и движением дислокаций (например, механизмы, обусловленные зарождением и движением точечных дефектов, краудионов и малоатомных кластеров [8, 24–26]). При этом, как было показано авторами ряда работ [8, 24] и подтверждено нами [27–30], роль недислокационных механизмов при индентировании может быть достаточно велика даже в материалах, деформируемых в обычных условиях по дислокационным механизмам пластичности. Уменьшение размера отпечатка и увеличение скорости относительной деформации способствует возрастанию роли недислокационных механизмов.

Поэтому если предполагать, что трещины при индентировании образуются за счет пересечения зародившихся дислокаций [4, 7]; а увеличение скорости относительной деформации приводит к подавлению дислокационных механизмов пластичности [27–30], которые при комнатной температуре и так не являются определяющими [7, 10, 24, 25], то уменьшение трещи-

нообразования с ростом  $\langle \varepsilon \rangle$  означает еще большее уменьшение роли дислокаций (вплоть до полного их отсутствия). Тем не менее и в этих условиях образуется остаточный отпечаток, свидетельствующий о наличии пластичности в этих материалах.

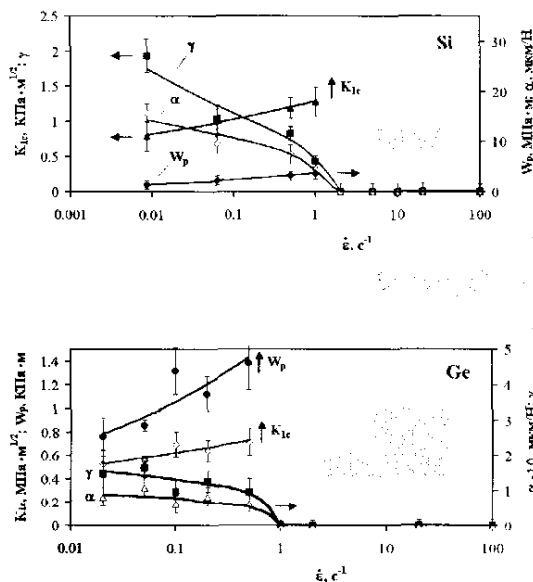


Рис. 3. Зависимость коэффициента трещиностойкости –  $K_{Ic}$ , параметра Палмквиста –  $\alpha$ , микрохрупкости –  $\gamma$  и поверхностной энергии разрушения –  $W_p$  от скорости относительной деформации  $\langle \varepsilon \rangle$ , при постоянном значении глубины пластического отпечатка –  $h_c$ : а) Si ( $h_c = 700$  нм); б) Ge ( $h_c = 640$  нм)

Таким образом, методом динамического индентирования в работе исследовано влияние скорости относительной деформации (в диапазоне  $\langle \dot{\varepsilon} \rangle$  от  $10^{-2}$  до  $10^2 \text{ с}^{-1}$ ) на ряд прочностных характеристик ( $K_{1c}$ ,  $\alpha$ ,  $\gamma$ ,  $W_p$ ) Si и Ge при комнатной температуре. Показано, что в исследуемых материалах существует некоторое пороговое значение  $\langle \dot{\varepsilon} \rangle$ , выше которого трещины при заданном значении глубины пластического отпечатка ( $h_c = 700 \text{ нм}$  для Si и  $h_c = 640 \text{ нм}$  для Ge) не образуются, и скачком изменяется ряд определяемых величин ( $K_{1c}$ ,  $\alpha$ ,  $\gamma$ ,  $W_p$ ).

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Lawn B.R., Evans A.G., Marshall D.B. // J. Amer. Ceram. Soc. 1980. V. 63. № 9-10. P. 574-581.
2. Anstis G.R., Chantikul P., Lawn B.R., Marshall D.B. // J. Amer. Ceram. Soc. 1981. V. 64. № 9. P. 533-538.
3. Новиков Н.В., Дуб С.Н., Бульчев С.И. // Заводская лаборатория. 1988. Т. 54. № 7. С. 60-67.
4. Морозов Е.М., Зернин М.В. Контактные задачи механики разрушения. М.: Машиностроение, 1999. 544 с.
5. Бульчев С.И., Алейкин В.И. Испытание материалов непрерывным вдавливанием индентора. М.: Машиностроение, 1990. 225 с.
6. Вакуленко А.А., Кукушкин С.А. // ФТТ. 1998. Т. 40. № 7. С. 1259-1263.
7. Итика Т., Окада У. // Jar. J. Appl. Phys. 1994. Т. 33. № 3A. P. 1435-1442.
8. Индеев В.Л., Орлов А.Н. // ФММ. 1977. Т. 43. Вып. 3. С. 469-492.
9. Боярков Ю.С., Грабко Д.З., Кац М.С. Физика процессов микроиндентирования. Кишинев: Штиинца, 1986. 295 с.
10. Атроцэнко Л.В., Федоренко О.А. // Заводская лаборатория. 1975. № 11. С. 1394-1396.
11. Федоров В.А. и др. // Изв. РАН (серия физическая). 2003. Т. 67. № 6. С. 776-784.
12. Anton R.J., Subhash G. // Wear. 2000. Т. 239. №1. P. 27-35.
13. Chaudhri M.M., Wells J.K. and Stephens A. // Phil. Mag. A. 1981. V. 43. № 3. P. 643-664.
14. Головин Ю.И., Ивахнин В.И., Кореньков В.В., Тюрин А.И. // ЖТФ. 2000. Т. 70. Вып. 5. С. 82-91.
15. Головин Ю.И. и др. // ФТТ. 2005. Т. 47. Вып. 6. С. 961-973.
16. Головин Ю.И., Тюрин А.И., Хлебников В.В. // ЖТФ. 2004.
17. Головин Ю.И., Нунин Ю.Л., Тюрин А.И. // ДАН. 2003. Т. 392. № 3. С. 336-339.
18. Oliver W.C., Pharr G.M. // J. Mater. Research. 1992. V. 7. № 6. P. 1564-1583.
19. Oliver W.C., Pharr G.M. // J. Mater. Research. 2004. V.19. №1. P.3-20.
20. Бардюков В.Ф., Босомолов А.В., Бабанин А.В., Камрич М.Д. // Новое в области испытания на микротвердость. М.: Наука, 1974. С. 119-124.
21. Marshall D.B., Lawn B.R. // J. Mater. Sci. 1979. V.14. №8. P.2001-2012.
22. Eremenko V.G., Nikitenko V.I. // Phys. Stat. Sol.(a). 1972. V. 14. P. 317-330.
23. Shin H., Armstrong R.W., Singer I.L. // J. Mater. Sci. 1991. V. 26. P. 3486-3489.
24. Индеев В.Л. // Письма в ЖЭТФ. 1970. Т. 12. С. 526-528.
25. Рожанский В.И., Сизова Н.Л., Урусовская А.А. // ФТТ. 1971. Т. 13. № 2. С. 411-415.
26. Akhurin M.Sh., Regel V.R. // Chemistry Reviews. 1998. V. 23. P. 59-88.
27. Головин Ю.И., Тюрин А.И. // Письма в ЖЭТФ. 1994. Т. 29. Вып. 21. С. 5529-5540.
28. Golovin Yu.I., Tyurin A.I., Farber V.Yu. // Phil. Mag. A. 2002. V. 82. № 10. P. 1857-1864.
29. Golovin Yu.I., Tyurin A.I. and Farber V.Yu. // J. of Materials Science. 2002. V. 37. P. 895-904.
30. Головин Ю.И., Тюрин А.И. // Материаловедение. 2001. №1. С. 14-21; № 2. С. 10-27.

БЛАГОДАРНОСТИ: Работа выполнена при поддержке РФФИ (грант № 04-02-17198).

Поступила в редакцию 20 октября 2006 г.

## АНАЛИЗ МИКРОРЕЛЬЕФА ПОВЕРХНОСТИ БЕЗДИСЛОКАЦИОННОГО КРЕМНИЯ ПРИ ДЕЙСТВИИ ВЫСОКИХ ЛОКАЛЬНЫХ НАПРЯЖЕНИЙ

© А.И. Тюрин, М.А. Юнак, В.А. Шиндяпин

Tyurin A.I., Junak M.A., Shindyapin V.A. The analysis of a microrelief of the dislocation-free silicon surface at high local stresses. The article looks at the possible mechanisms of removal of a material on a surface at high local stresses.

Исследования в области определения микрорельефа и микроструктуры поверхности в области пятна контакта представляют в настоящее время особую актуальность. Способы создания такого микрорельефа могут быть различными. Сюда относятся: воздействие лазерным импульсом высокой интенсивности, микро- и нанолитография, микро- и наноиндентирование и др.

В качестве изучаемого материала был взят монокристаллический бездислокационный Si. Выбор материала обусловлен широким использованием Si в технике и научных исследованиях. Он применяется для изготовления подложек и микросхем.

Цель работы заключалась: во-первых, в том, чтобы узнать, выносятся ли материал вообще из зоны контакта на поверхность в Si. Во-вторых, в поиске зависимости формирующегося на поверхности Si микрорельефа от скорости относительной деформации. В-третьих, в

качественном рассмотрении формы и внешнего вида навала материала, выдавленного на поверхность.

Создание рельефа производили методом динамического микро- и наноиндентирования. К индентору Берковича прикладывали симметричный импульс нагрузки постоянной амплитуды. Скорость относительной деформации варьировалась в пределах от  $10^{-2}$  до  $10^2 \text{ с}^{-1}$  (рис. 1). Обмер и качественное рассмотрение микрорельефа проводились с помощью атомно-силового микроскопа AFM Solver (рис. 1).

В ходе работы показано, что материал в бездислокационном Si выносятся на поверхность, образуя навал специфической формы около пятна контакта (рис. 2а). В отличие от навала на ШДК (рис. 2б) [1], здесь весь материал сосредоточен в непосредственной близости от отпечатка.