

максимум акустической активности приходится на область квазиупругих деформаций, т. е. проявляется при напряжениях, меньших напряжения предварительной выдержки. Установлено, что акустическая эмиссия в этом случае состоит из набора дискретных импульсов. В области площадки текучести, если она существует, происходит смена дискретной АЭ на непрерывную, причем более ярко это выражено для стали 09ГСФ (рис. 3а). После завершения формирования площадки текучести вновь появляется дискретная АЭ, которая с дальнейшим ростом деформации вплоть до начала образования шейки постепенно затухает.

Характер АЭ у исходных и наводороженных образцов в целом подобен, однако уровень излучения наводороженных образцов, как правило, ниже (рис. 1, 2). Наиболее чувствительной характеристикой АЭ к водородному охрупчиванию является высота пика АЭ –  $Y_{\max}$ , которая с увеличением длительности выдержки в среде понижается. Причем снижение  $Y_{\max}$  происходит уже через несколько суток, т. е. намного раньше, чем снижение пластичности (рис. 1).

Однозначной пропорциональной связи между снижением высоты пика АЭ и потерей пластичности обнаружено не было, хотя в общем такая тенденция наблюдается (рис. 2). Для двух плавок стали 09ГСФ высота пика АЭ у наводороженного образца оказалась даже выше, чем у исходного (рис. 3), однако в этих случаях и снижения пластичности не наблюдалось.

Считается, что процессы микропластической деформации, протекающие в квазиупругой области диаграммы растяжения, связаны с поверхностными эффектами [1]. Поэтому естественно предположить, что причиной появления пика АЭ в той же области также являются поверхностные эффекты. Поскольку влияние внешней среды на материал осуществляется именно через поверхность, становится понятным, почему величина  $Y_{\max}$  более чувствительна к влиянию водорода, чем макроскопические механические характеристики.

Сделано предположение, что снижение уровня акустического излучения после выдержки в среде связано с наклепом в тонком поверхностном слое объемов металла, прилегающих к коллекторам молибденового водорода.

Таким образом, несмотря на то, что полученные результаты нуждаются в тщательной проверке, предварительно можно говорить о возможности создания методики контроля водородного охрупчивания металлов по высоте пика АЭ. Достоинством такой методики может стать возможность контроля воздействия агрессивной среды на материал уже на ранней стадии и, что не менее важно, при неразрушающем уровне напряжения (0,5...0,7 от предела текучести).

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Алехин В.П. // Физика прочности и пластичности поверхностных слоев материалов. М.: Наука, 1983. 280 с.

УДК 539.214:548.4

## ИНДЕНТИРОВАНИЕ С КОНТРОЛЕМ СМЕЩЕНИЯ И НАГРУЗКИ ПРИ ВЫСОКИХ ТЕМПЕРАТУРАХ

© В.И. Орлов, Ю.Л. Иунин, Б.Я. Фарбер\*, А.Х. Хойер\*\*

*Россия, Черногловка, Институт физики твердого тела РАН*

*\* USA, Cleveland, Zircoa Incorporated*

*\*\*Case Western Reserve University, Department of Materials Science and Engineering*

Orlov V.I., Iunin Y.L., Farber B.Y., Heuer A.H. Displacement-sensitive indentation at elevated temperatures. Load-displacement indentation tests are performed in Ge single crystals on a newly designed install. The deformation substructure is investigated using selective etching. The energy dissipated during the indentation cycle is measured and compared with the extent and the structure of the deformation zone.

Метод измерения микротвердости предоставляет уникальную возможность исследовать механизмы пластической деформации и разрушения хрупких материалов, механические свойства тонких пленок, а также материалов, доступных в малых объемах (~1 мм<sup>3</sup>). Из-за своей простоты он уже около 100 лет широко используется для экспресс-анализа механических свойств материалов. Однако сложность и многообразие процессов, происходящих при индентировании, делает очень трудной физическую интерпретацию полученных данных. Поэтому до сих пор продолжают интенсивные исследования процессов, ответственных за формирование отпечатка под индентором.

Развитие методики индентирования с непрерывным контролем смещения и нагрузки на инденторе [1] позво-

лило получать дополнительную информацию (модуль Юнга; энергия, затраченная на образование отпечатка и т. д.) и практически полностью автоматизировать процесс индентирования. Однако, как правило, исследования методом индентирования с контролем смещения и нагрузки ограничиваются областью комнатных температур. Расширение температурного интервала позволяет существенно повысить возможности этого метода (исследовать изменения процессов деформации при хрупкопластичном и фазовых переходах).

В данной работе дано краткое описание высокотемпературной установки для индентирования с контролем смещения и продемонстрированы ее возможности на примере экспериментальных данных, полученных на образцах монокристаллов Ge.

МЕТОДИКА

На рис. 1 представлена схема экспериментальной установки, разработанной и изготовленной сотрудниками Лаборатории Реальной Структуры Кристаллов ИФТТ РАН совместно с группой проф. Хойера из Case Western Reserve University (Cleveland, USA). Основные технические характеристики установки: чувствительность по нагрузке  $10^{-3}$  Н, чувствительность по смещению 50 нм, максимальная нагрузка 10 Н, диапазон температур 20–800° С.

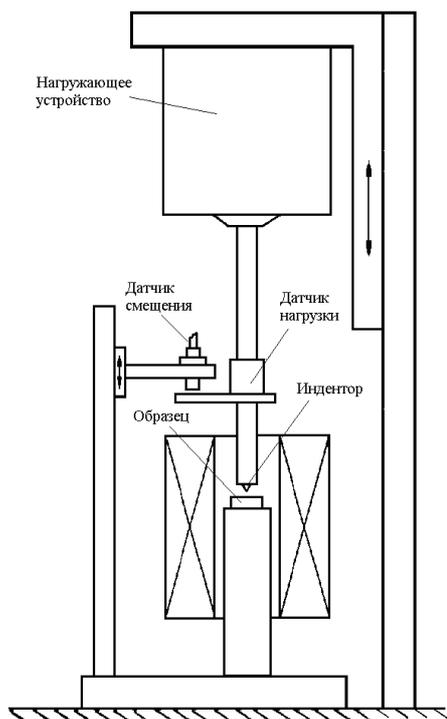


Рис. 1. Схема экспериментальной установки

Установка полностью автоматизирована. В каждом эксперименте регистрировались следующие параметры: температура ( $T$ ), нагрузка, приложенная к индентору ( $P$ ), смещение индентора ( $h$ ). Затраченная на деформацию энергия  $E$  рассчитывалась из уравнения:

$$E = \int_0^t P \frac{dh}{dt} dt = \int_0^h P dh, \quad (1)$$

где  $t$  – время. На рис. 2 показаны регистрируемые в каждом эксперименте параметры.

Эксперименты проводились на монокристаллах Ge. Образцы имели форму параллелепипеда размером  $6 \times 4 \times 1,5$  мм<sup>3</sup> и ориентацию  $\langle 110 \rangle$ ,  $\langle 112 \rangle$  и  $\langle 111 \rangle$ . Поверхность индентирования  $(111)$ .

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 3 представлены типичные зависимости нагрузка – смещение ( $P_{max} = 1,120$  Н), полученные на образцах Ge при разных температурах. На зависимостях  $P-h$  видны ступеньки, отмеченные на рис. 3 стрелками, которые, видимо, связаны с зарождением двойников. При повышении температуры уменьшается упругое восстановление отпечатка и наблюдается ползучесть (увеличение  $h$  при постоянной нагрузке).

На рис. 4 представлены температурные зависимости микротвердости по Виккерсу  $H_v$  и энергии, затраченной на образование отпечатка  $E$ . При низких температурах  $H_v$  изменяется слабо, а при  $T > 200^\circ$  С резко падает, как и в работе [2]. Зависимость  $E(T)$  является более сложной, и на ней можно выделить три области температур:  $\leq 100^\circ$  С,  $100-300^\circ$  С и  $> 300^\circ$  С. Избирательное химическое травление показало, что в первой области вблизи отпечатка выявляются только трещины, во второй – трещины и двойники, а в третьей – только дислокации.

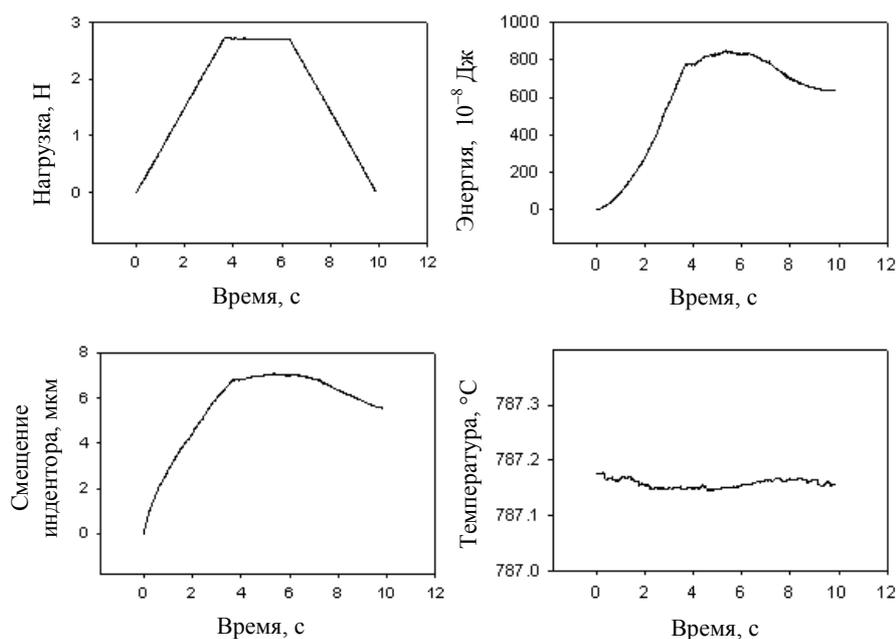


Рис. 2. Параметры, регистрируемые в процессе индентирования

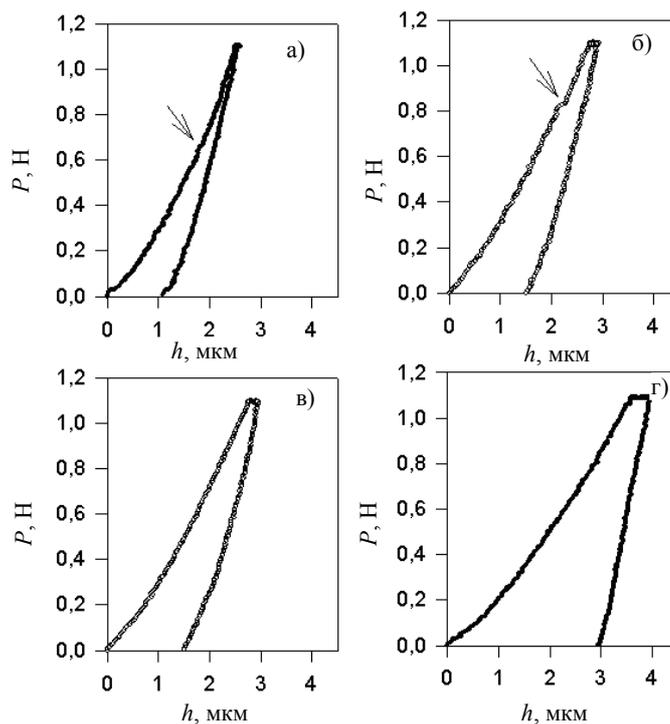


Рис. 3. Кривые нагрузка – смещение при индентировании поверхности (111) монокристалла Ge при различных температурах: а – 38° С; б – 192° С; в – 272° С; г – 396° С

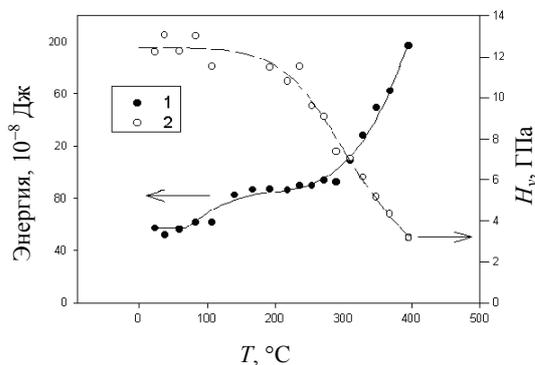


Рис. 4. Зависимость энергии, затраченной на образование отпечатка (1) и микротвердости (2) от температуры

Простые оценки показывают, что энергии образования трещин и двойников на 2–4 порядка меньше, а энергия дислокационной зоны пластичности составляет не более 10 % экспериментально измеряемой величины энергии, поглощаемой кристаллом при индентировании.

Относительно малые вклады двойникового, трещинообразования и дислокационной пластичности не должны вызывать удивления, поскольку такой механизм диссипации энергии, как генерация неравновесных точечных дефектов в поле напряжений индентора (при низких температурах) или в процессе движения дислокаций (при повышенных температурах), не выявляется избирательным химическим травлением.

Генерация неравновесных точечных дефектов, как механизм деформации, исследовалась теоретически в работе [3]. А в работе [4] наблюдалось изменение объема решетки германия при генерации неравновесных точечных дефектов. Выбрав для оценки величину энер-

гии образования пары Френкеля 15,3 эВ [5], получаем требуемую для объяснения наблюдаемой поглощенной энергии плотность точечных дефектов в зоне пластической деформации  $\sim 5 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$ . Такая концентрация является обычной для полупроводникового кристалла.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Разработана высокотемпературная установка для индентирования с контролем смещения. Впервые проведено *in situ* измерение энергии, поглощенной в процессе высокотемпературного индентирования монокристалла германия. Показано, что эта характеристика является более чувствительной и информативной, чем микротвердость. Установлено, что механизмы рассеяния энергии путем разрушения, двойникового и дислокационной пластичности не в состоянии объяснить экспериментальные данные, и необходимо принимать во внимание другие механизмы диссипации энергии. Показано, что неравновесная генерация точечных дефектов с концентрацией в окрестности индентора  $5 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$  позволяет объяснить наблюдаемую величину поглощенной энергии.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Булычев С.И., Алехин В.П. Испытание материалов непрерывным вдавливанием индентора. М.: Машиностроение, 1990. 223 с.
2. Gridneva I.V., Milman Yu.V., Trefilov V.I. Phase Transition in diamond-structure crystals during hardness measurements // *Physica Status Solidi (a)* 1972. V. 14. № 1. P. 177-182.
3. Инденбом В.Л. Межузельный (краудионный) механизм пластической деформации и разрушения // *Письма в ЖЭТФ*. 1970. Т. 12. С. 526-528.
4. Бударина С.И., Конорова Л.Ф. Изменение плотности некоторых полупроводников при термической обработке // *ФТТ*. 1971. Т. 13. № 1. С. 330.
5. Brown W.L., Augustyniak W.M. Energy, orientation, and temperature dependence of defect formation in electron irradiation of *n*-type germanium // *J. Appl. Phys.* 1959. V. 30. № 8. P. 1300-1308.



