

УДК 538.931-405; 539.374.

ЗАВИСИМОСТЬ КОЭФФИЦИЕНТА СКОРОСТНОЙ ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТИ ТВЕРДОСТИ ОТ ГЛУБИНЫ ПЛАСТИЧЕСКОГО ОТПЕЧАТКА ПРИ ДИНАМИЧЕСКОМ НАНОИНДЕНТИРОВАНИИ

© Ю.И. Головин, А.И. Тюрин, В.В. Хлебников, В.С. Ефимченко

Golovin Y.I., Tyurin A.I., Khlebnikov V.V., Yefimchenko V.S. Strain rate sensitivity of hardness depending on residual depth under dynamic nanoindentation. An influence of plastic depth scale on strain rate sensitivity of hardness for some materials under dynamic nanoindentation is investigated in the article.

Потребности нанотехнологии, наноматериаловедения, тенденция к миниатюризации элементной базы микроэлектроники и оптоэлектроники, создание интегрированных микроэлектромеханических систем, интеллектуальных микророботов [1, 2], разработка систем записи, хранения и считывания информации на носителях путем нанесения уколов и царапин атомарно острыми иглами [3, 4] резко активизировали работы по изучению механических свойств материалов на уровне отдельных элементарных событий в одном микро- или наноконтакте. Это позволяет заполнить имеющиеся пробелы между описанием различных явлений, обусловленных микроконтактными взаимодействиями, на макроскопическом и атомарном уровнях.

Кроме того, многие практически важные случаи получения и механической обработки материалов, изготовления из них различных изделий и их дальнейшая эксплуатация подразумевают локальную упруго-пластическую деформацию поверхности материала [5, 6]. При этом различные случаи контактного взаимодействия (механическая шлифовка и полировка, соударение микро- и наночастиц между собой и с поверхностью твердых тел и др. [7]) сопровождаются высокими, сильно неоднородными и достаточно кратковременными и локальными напряжениями и высокими скоростями деформирования. В случае механической записи информации с помощью атомарно острых иглол, эту скорость сознательно пытаются увеличить для обеспечения быстродействия записи, считывания и перезаписи информации на механический носитель. Это стимулирует проведение исследований поведения различных свойств материалов, в частности, особенно механических, на микро- и наноуровне, причем в достаточно широком диапазоне скоростей деформирования. Сложность и неоднозначность поведения материала при переходе от макро- к атомарному уровню рассмотрения взаимодействия обуславливается и характерными условиями различных скоростей деформирования и масштабом рассматриваемых событий.

Этот факт не может быть учтен простым формальным уменьшением рассматриваемой области деформирования, поскольку известный из литературы масштабный фактор при деформировании материала под индентором отличается для различных материалов и мо-

жет даже полностью отсутствовать, как, например, это известно для плавленого кварца [8–9].

При этом среди множества механических свойств твердых тел наиболее ценную информацию, с точки зрения понимания механических свойств в микро- и наноконтактах, а также природы элементарных носителей пластической деформации и их подвижности, несут коэффициенты скоростной чувствительности пластических характеристик (в том числе микро- и нанотвердости). Для разных пластичных материалов (см., например, [10]) в макроиспытаниях исследован широкий диапазон скоростей относительной деформации $\dot{\epsilon}$ (от 10^{-8} до 10^6 с^{-1}). Однако во многих хрупких материалах (в частности, в монокристаллах с ковалентным типом связей, керамиках, стеклах и др.) разрушение начинается раньше, чем наступает заметная пластическая деформация. Их пластические свойства изучают обычно методами локального деформирования или микроиндентирования [11, 13], а в последние годы – методом nanoindentирования, приобретшим большую популярность (см., например, [8–9, 14–17]). Известное в мире оборудование по нанотестированию различных фирм (MTS, Micromaterials, CSM, Hysitron etc.) позволяет проводить исследования в области nanoindentирования лишь в диапазоне малых $\dot{\epsilon}$ ($10^{-3} - 10^{-1} \text{ с}^{-1}$). Такие исследования позволили получить целый ряд новых и принципиально важных результатов, в том числе и о поведении числа твердости при уменьшении размера области деформирования, так называемом масштабном факторе в твердости, который заключается в увеличении числа твердости ряда материалов при переходе к малым размерам отпечатка, с глубинами отпечатка порядка единиц – десятков нанометров [14–17].

Вместе с тем многие процессы характеризуются очень высокими скоростями локального нагружения в субмикронных областях ($\gg 10^{-1} \text{ с}^{-1}$): сухое трение шероховатых поверхностей, абразивный и эрозионный износ, атомно-силовая микроскопия, нанолитография методом импринтинга и скрабирования, тонкий помол и т. д. Таким образом, существует малоисследованная область механических свойств материалов, характеризующаяся одновременно малыми временами нагружения и малыми размерами зоны деформации. В этих условиях традиционные (в частности, дислокационные)

механизмы пластического течения могут быть сильно затруднены или подавлены.

В ряде работ (см., например, [18]) предпринимали попытки определения методом ударного нагружения скоростных зависимостей динамической твердости, вязкости разрушения и коэффициента восстановления некоторых ионных кристаллов (NaCl; LiF; MgO), стекло и керамик в диапазоне $\dot{\epsilon} \sim 10^4 - 10^5 \text{ с}^{-1}$. Таким образом, перекрывался довольно узкий интервал изменения $\dot{\epsilon}$ примерно в один порядок величины. При этом один из двух параметров, необходимых для определения твердости (усилие и размеры отпечатка), фактически не измерялся, а только оценивался из косвенных данных (как, впрочем, и реальная форма и длительность импульса нагрузки). В диапазоне скоростей $10^{-1} \text{ с}^{-1} < \dot{\epsilon} < 10^4 \text{ с}^{-1}$, который имеет гораздо большее значение для практики, до сих пор имеется весьма ограниченный набор сведений (см., например, [19]). Следует также учесть, что в разных диапазонах $\dot{\epsilon}$ и размеров отпечатка h скоростная зависимость механических свойств одного и того же материала может иметь разный характер. Поэтому целесообразно исследовать их как можно в более широком интервале значений $\dot{\epsilon}$ и h (особенно в интервале $\leq 1 \text{ мкм}$).

В настоящей работе ставилась цель определения влияния масштабного фактора (при глубине отпечатка от 30 нм до 2 мкм) на коэффициент скоростной чувствительности твердости H ряда ионных и ковалентных кристаллов (KCl, LiF, LiF- γ , ZnS, Ge, GaAs, MgO, Si), металлов (Al), сталей (сталь 10), объемных аморфных металлических сплавов ($\text{Zr}_{46,8}\text{Ti}_8\text{Cu}_{7,5}\text{Ni}_{10}\text{Be}_{27,5}$), полимеров (ПММА) и керамик (керамика на основе ZrO_2) в диапазоне $\dot{\epsilon}$ от $3 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^3 \text{ с}^{-1}$, перекрывающем около шести порядков величины.

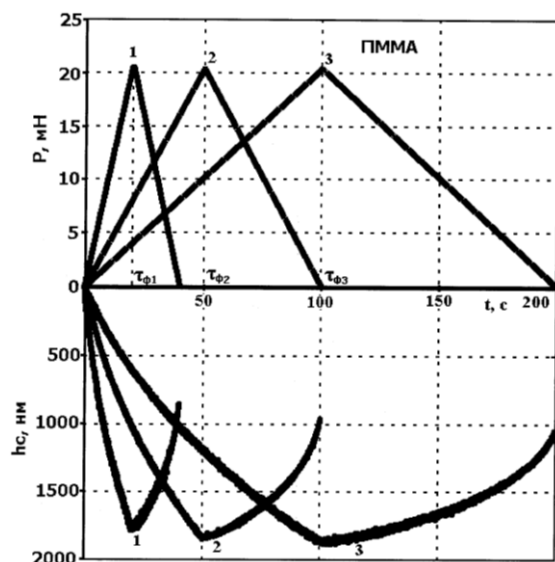


Рис. 1. Типичные кинетические зависимости величины действующей силы $P(t)$ и глубины отпечатка $h(t)$ при различных временах индентирования t кристаллов LiF. 1 – $\tau_{\phi} = 20 \text{ с}$; 2 – $\tau_{\phi} = 50 \text{ с}$; 3 – $\tau_{\phi} = 100 \text{ с}$. $\tau_{\phi} = t/2$ – время нарастания нагрузки; t – полное время индентирования

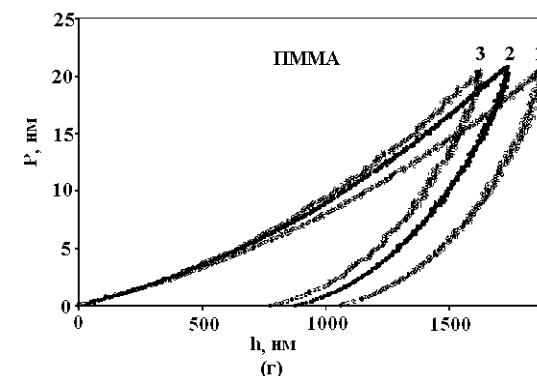
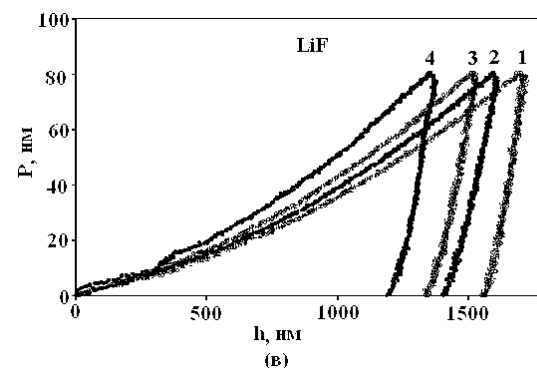
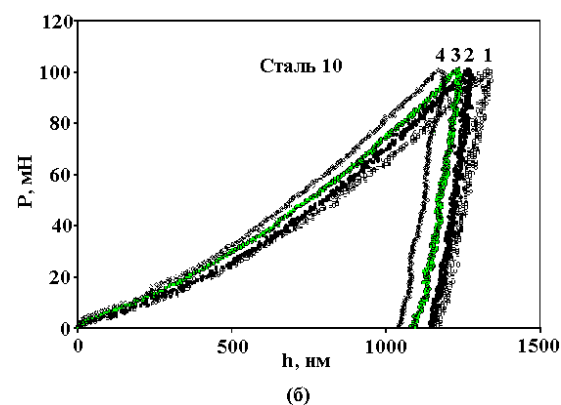
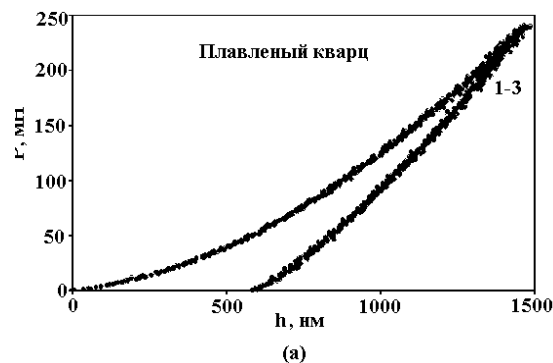


Рис. 2. Типичные $P-h$ диаграммы, полученные при индентировании ряда материалов: а) Плавленный кварц: 1 – $\tau_{\phi} = 100 \text{ с}$; 2 – $\tau_{\phi} = 10 \text{ с}$; 3 – $\tau_{\phi} = 0,1 \text{ с}$; б) Сталь 10: 1 – $\tau_{\phi} = 100 \text{ с}$; 2 – $\tau_{\phi} = 10 \text{ с}$; 3 – $\tau_{\phi} = 1 \text{ с}$; 4 – $\tau_{\phi} = 0,05 \text{ с}$; в) LiF: 1 – $\tau_{\phi} = 100 \text{ с}$; 2 – $\tau_{\phi} = 10 \text{ с}$; 3 – $\tau_{\phi} = 1 \text{ с}$; 4 – $\tau_{\phi} = 0,05 \text{ с}$; г) ПММА: 1 – $\tau_{\phi} = 100 \text{ с}$; 2 – $\tau_{\phi} = 10 \text{ с}$; 3 – $\tau_{\phi} = 0,1 \text{ с}$

С этой целью на специально разработанном компьютеризированном наноиндентометре [20] осуществляли индентирование поверхности образца алмазной пирамидкой Берковича под действием треугольного импульса силы с варьируемой амплитудой $P_{\max}$ и длительностью τ_{ϕ} фронта импульса нагружения.

Импульс силы формировался электродинамическим приводом, управляемым персональным компьютером. Его форма $P(t)$, а также зависимость глубины отпечатка от времени $h(t)$ регистрировались с временным разрешением ~ 50 мкс и записывались компьютером. Типичные диаграммы зависимостей $P(t)$ и $h(t)$ на примере ПММА приведены на рис. 1. Затем по этим данным строились диаграммы полного цикла нагружения – разгрузки в координатах $P-h$ (рис. 2). Это обеспечивало полностью контролируемые и эквивалентные условия испытания при различных средних скоростях относительных деформаций $\langle \dot{\varepsilon} \rangle \approx \frac{v(t)}{h(t)}$

$= \frac{dh(t)}{dt} \times \frac{1}{h(t)} \sim \frac{1}{\tau_{\phi}}$, и позволяло определить мгновенные

значения твердости H_d и скорости относительной деформации $\dot{\varepsilon}$, используя соотношение (1) и (2).

$$H_d(t) = \frac{P(t)}{A_c(t)}; \quad (1)$$

$$\dot{\varepsilon} = \frac{v(t)}{h(t)}. \quad (2)$$

Здесь: $v(t) = \frac{dh(t)}{dt}$ – мгновенное значение скорости внедрения индентора; $P(t)$ – мгновенное значение величины действующей силы; $A_c(t)$ – площадь контакта пластического отпечатка с учетом конечного радиуса закругления реального индентора.

Величина A_c интерполируется обычно полиномиальной функцией типа (3), где h_c – глубина пластического отпечатка. Величина h_c определяется соотношением (4), стандартно используемым в методике наноиндентирования [8–9].

$$A_c = \sum_{n=0}^8 C_n (h_c)^{2-n} = C_0 h_c^2 + C_1 h_c + C_2 h_c^{1/2} + \dots + C_8 h_c^{1/28}. \quad (3)$$

$$h_c = h_{\max} - k \left(\frac{P_{\max}}{S} \right). \quad (4)$$

Здесь $h_{\max}$ – глубина, соответствующая максимальной величине приложенной силы $P_{\max}$; $S = \frac{dP}{dh}$ – жесткость

материала, определяемая по начальному участку ветви разгрузки $P(h)$ диаграммы, построенной с учетом реальной податливости экспериментальной установки (см. рис. 3), k – коэффициент, учитывающий геометрию индентора. (Для исследуемого в данной работе индентора Берковича $k = 0,72$).

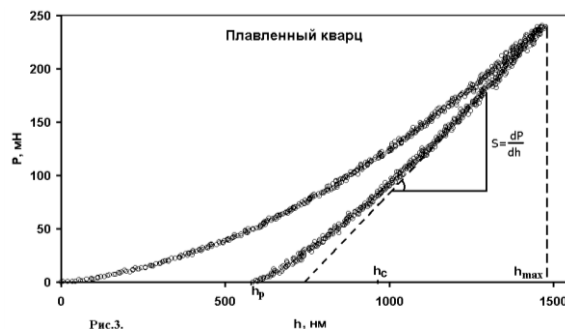


Рис. 3. Диаграмма зависимости нагрузки P от глубины погружения индентора h для плавленого кварца: $P_{\max}$ – максимальная нагрузка на индентор; $h_{\max}$ – максимальная глубина невосстановленного отпечатка; h_p – глубина восстановленного отпечатка; $S = dP/dh$ – жесткость контакта образец – индентор на этапе разгрузки; h_c – глубина пластического отпечатка

Коэффициенты в выражении (3) определялись по методике Оливера – Фарра [8–9]. Сущность метода заключается в индентировании изотропного материала (обычно используется плавленый кварц) в широком диапазоне нагрузок для получения отпечатков от единиц до сотен нанометров. Далее глубина пластического отпечатка h_c определялась экстраполяцией начального наклона ветви разгрузки $P(h)$ диаграммы (рис. 3) с учетом соотношения (4). Площадь контакта пластического отпечатка определялась независимо от h_c с учетом реальной податливости установки и экспериментально определяемой жесткостью материала S с учетом выражения (5) [9]:

$$A_c = \frac{\pi S^2}{4(\beta E_{\text{eff}})^2}. \quad (5)$$

Здесь β – коэффициент, определенный с учетом геометрии индентора, E_{eff} – приведенный модуль Юнга исследуемого материала. Для используемого в работе индентора Берковича $\beta = 1,034$ [6–8]. Для используемого при калибровке плавленого кварца $E_{\text{eff}} = 69,6$ ГПа [8–9].

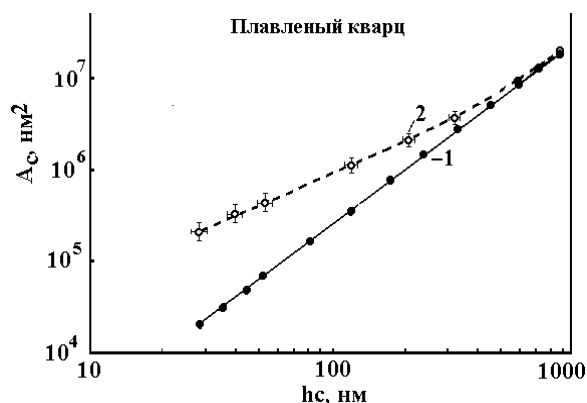


Рис. 4. Соотношение между глубиной пластического отпечатка h_c и площадью проекции контакта A_c для идеального (1) и используемого в работе (2) инденторов Берковича

Зависимости площади контакта A_c от глубины пластического отпечатка h_c приведены на рис. 4. Сплошная линия соответствует теоретической площади контакта $A_c = 24,56 h_c^2$, а пунктирная – реальной площади контакта для используемого в работе индентора Берковича.

Интерполяция экспериментальных данных полиномиальной функции позволяет определить коэффициенты C_n в выражении (3). Полученные значения в интервале глубин от 30 до 900 нм соответствуют $C_0 = 24,5$; $C_1 = -1000$; ... $C_8 = 90000$. С учетом коэффициентов C_n выражение (3) примет вид:

$$A_c(t) = 24,5 h_c^2(t) - 1000 h_c(t) + 14000 h_c^{1/2}(t) - 20000 h_c^{1/4}(t) - 100000 h_c^{1/8}(t) - 350000 h_c^{1/16}(t) + 120000 h_c^{1/32}(t) - 120000 h_c^{1/64}(t) + 90000 h_c^{1/128}(t). \quad (6)$$

Таким образом H_d и $\dot{\epsilon}$, определенные по соотношению (1) и (2), отражают мгновенные значения величины твердости и скорости относительной деформации в процессе формирования отпечатка.

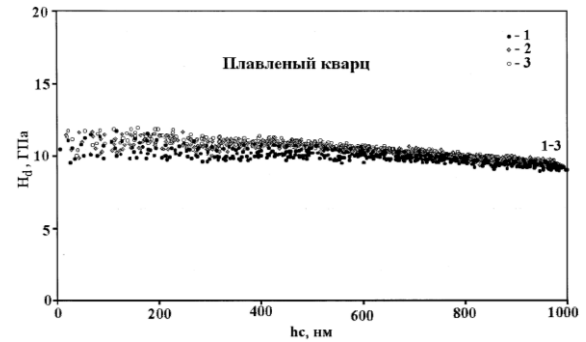
Значения динамической (мгновенной) твердости в функции от мгновенного значения h_c для ряда материалов представлены на рис. 5. Материалы с большим отношением H/E (плавленый кварц, Si, Ge, MgO) показывают слабую зависимость H_d как от средних значений $\langle \dot{\epsilon} \rangle$ так и от мгновенных значений $\dot{\epsilon}$; а материалы с малым значением H/E (LiF, ПММА, Сталь 10, ZnS, Al) обнаруживают заметный рост H_d от $\langle \dot{\epsilon} \rangle$ и $\dot{\epsilon}$.

Типичные зависимости H_d для (плавленного кварца) представлены на рис. 5(а), а для (LiF, ПММА и Сталь 10) – на рис. 5(б-г). Приведенные рисунки показывают, что модельный материал (плавленный кварц), являющийся обычно тарировочным для проверки правильности калибровки установки и учета притупления острия индентора, демонстрирует практически полное отсутствие как масштабного (зависимости от h_c), так и скоростного (зависимости от $\dot{\epsilon}$) факторов твердости. Это согласуется с данными ряда работ, выполненных другими авторами при квазистатическом индентировании [см., например, 8–9], и является проверкой правильности учета различных факторов при определении величины динамической твердости материала.

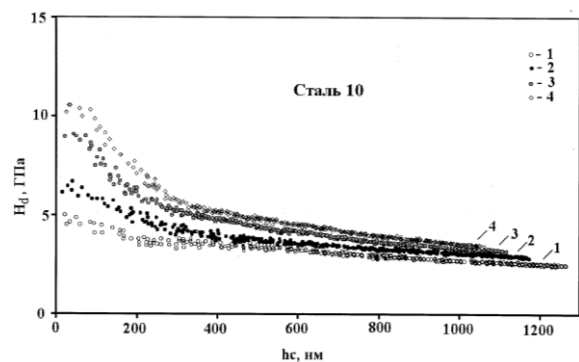
Перестроение зависимостей $H_d = f(h_c)$ в двойных логарифмических координатах показано на рис. 6. При этом для всех материалов в исследованном интервале $\dot{\epsilon}$ и h_c наблюдаются зависимости, близкие к линейным. А, фиксируя значения h_c в исследуемом интервале (от 30 нм до 1000 нм), перестраивать динамические значения $H_d(t)$ и $\dot{\epsilon}$ в функции $(\log H_d(h_c) = f(\log \dot{\epsilon}(h_c)))$.

Близкое к линейному поведение скоростной зависимости $H_d = f(\dot{\epsilon})$ при различных значениях h_c (рис. 6) позволяет определять коэффициент скоростной чувствительности твердости $\alpha = \frac{\log(H_d / H_{st})}{\log(\dot{\epsilon})}$ для задан-

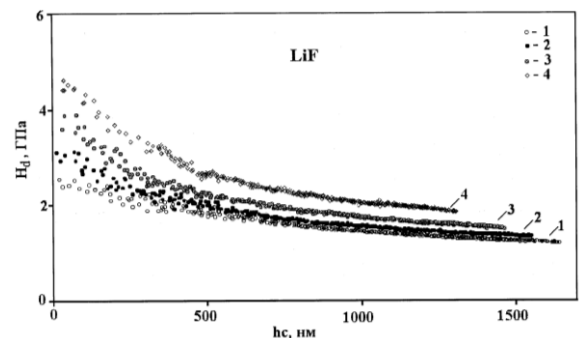
ной величины h_c . Из рисунка 7 видно, что в ковалентных кристаллах Si, Ge и GaAs скоростная чувствительность H_d достаточно мала, а в плавленом кварце – практически



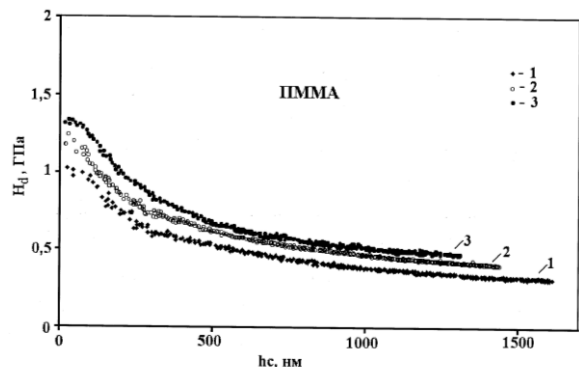
а)



б)



в)



г)

Рис. 5. Зависимость величины динамической твердости H_d ряда материалов от глубины пластического отпечатка – h_c . а) Плавленный кварц: 1 – $\tau\phi = 100$ с; 2 – $\tau\phi = 10$ с; 3 – $\tau\phi = 0,1$ с; б) Сталь 10: 1 – $\tau\phi = 100$ с; 2 – $\tau\phi = 10$ с; 3 – $\tau\phi = 1$ с; 4 – $\tau\phi = 0,05$ с; в) LiF: 1 – $\tau\phi = 100$ с; 2 – $\tau\phi = 10$ с; 3 – $\tau\phi = 1$ с; 4 – $\tau\phi = 0,05$ с; г) ПММА: 1 – $\tau\phi = 100$ с; 2 – $\tau\phi = 10$ с; 3 – $\tau\phi = 0,1$ с

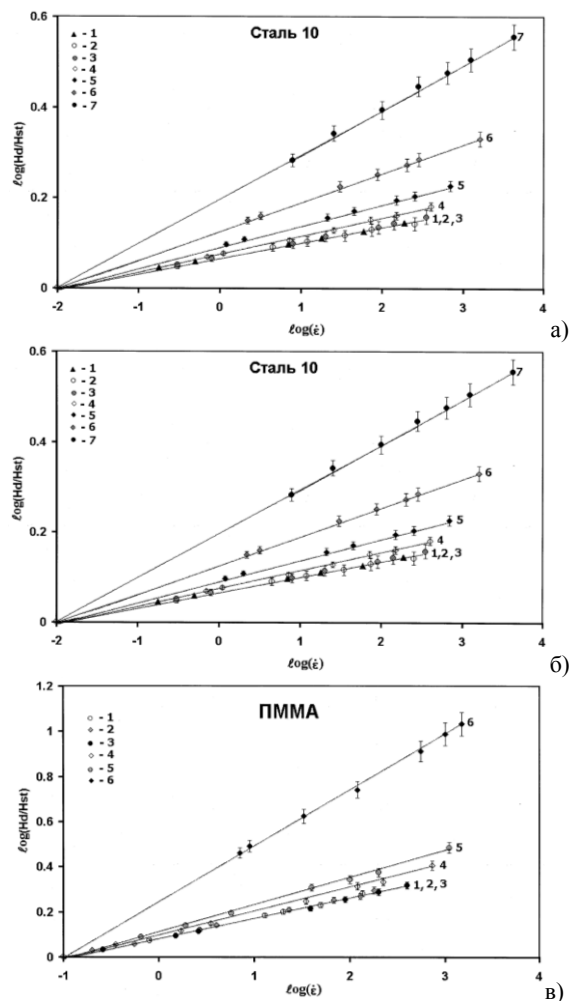


Рис. 6. Зависимость относительного изменения динамической твердости H_d/H_{st} от скорости относительной деформации под индентором $\dot{\epsilon}$ при различных значениях величины пластического отпечатка h_c для ряда исследуемых материалов: а) Плавненный кварц: 1 – $h_c = 900$ нм; 2 – $h_c = 700$ нм; 3 – $h_c = 450$ нм; 4 – $h_c = 250$ нм; 5 – $h_c = 50$ нм. LiF: 1 – $h_c = 1250$ нм; 2 – $h_c = 1000$ нм; 3 – $h_c = 750$ нм; 4 – $h_c = 500$ нм; 5 – $h_c = 350$ нм; 6 – $h_c = 200$ нм; 7 – $h_c = 50$ нм.; б) Сталь 10: 1 – $h_c = 1150$ нм; 2 – $h_c = 1000$ нм; 3 – $h_c = 800$ нм; 4 – $h_c = 600$ нм; 5 – $h_c = 400$ нм; 6 – $h_c = 200$ нм; 7 – $h_c = 50$ нм.; в) ПММА: 1 – $h_c = 1000$ нм; 2 – $h_c = 750$ нм; 3 – $h_c = 500$ нм; 4 – $h_c = 350$ нм; 5 – $h_c = 200$ нм; 6 – $h_c = 50$ нм. H_{st} – величина статической твердости материала

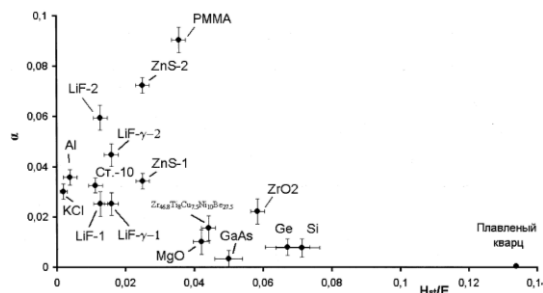


Рис. 7. Коэффициент скорости чувствительности $\alpha = \log(H_d/H_{st})/\log(\dot{\epsilon})$ ряда исследованных материалов (KCl, LiF, LiF- γ , GaAs, Ge, MgO, Si, ZrO₂, ZnS, Сталь 10, ПММА,

Zr_{46,8}Ti₈Cu_{7,5}Ni₁₀Be_{27,5}, Al, Плавненный кварц). H_{st} – величина статической твердости. E – модуль Юнга

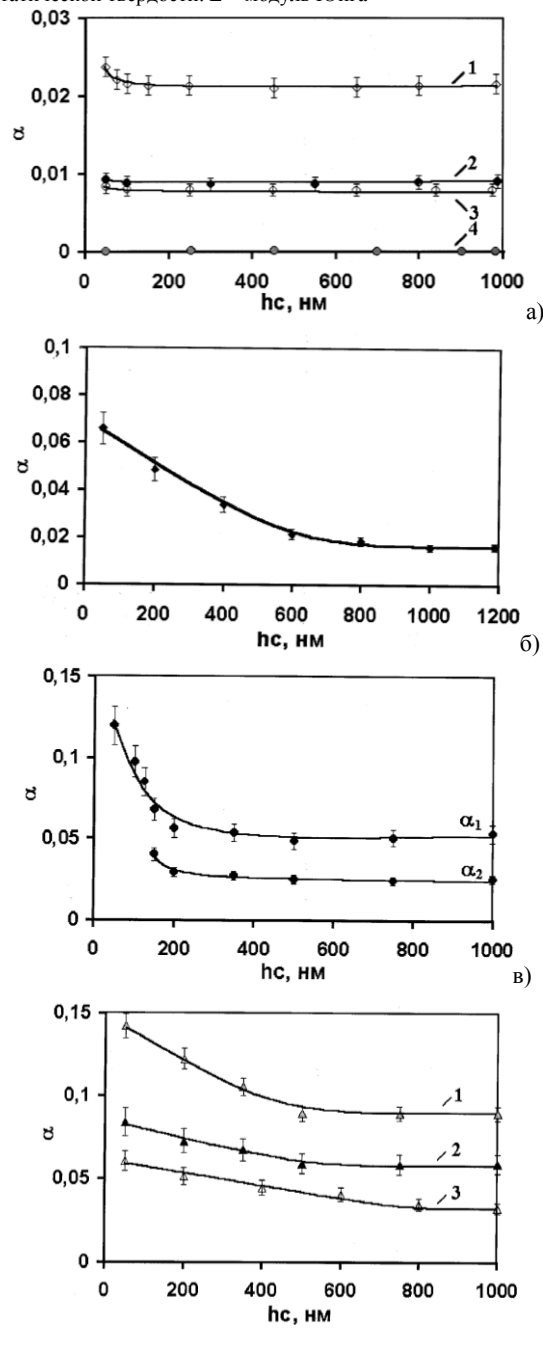


Рис. 8. Зависимость коэффициента скорости чувствительности твердости α от глубины пластического отпечатка h_c для различных материалов: а) 1 – Плавненный кварц; 2 – Si; 3 – Ge; 4 – ZrO₂; б) Объемный аморфный металлический сплав (Zr_{46,8}Ti₈Cu_{7,5}Ni₁₀Be_{27,5}); в) ZnS, α_1 и α_2 – первый и второй коэффициенты скорости чувствительности твердости для ZnS. г) 1 – ПММА; 2 – LiF; 3 – Сталь 10

отсутствует. В то же время, мягкие ионные кристаллы – KCl, LiF, γ -облученный LiF (доза $\sim 10^6$ Гр), металлы (Al), стали (сталь 10) и полимеры (ПММА) – демонстрируют заметный рост H_d с увеличением $\dot{\epsilon}$. Кристаллы MgO, объемные аморфные сплавы (Zr_{46,8}Ti₈Cu_{7,5}Ni₁₀Be_{27,5}) и керамики (на основе ZrO₂) имеют в исследованном диапазоне $\dot{\epsilon}$ очень слабую

скоростную чувствительность H_d и занимают промежу-

Таблица 1

Зависимость коэффициента скоростной чувствительности α от типа исследуемого материала и глубины пластического отпечатка

№ п/п	Тип исследуемого материала	Диапазон изменения h_c , (нм)	Диапазон изменения $\dot{\epsilon}$, (с^{-1})	Диапазон изменения α
1	LiF	50–500 500–1000	0,3–2500 0,15–115	0,085–0,06 0,06±0,005
2	ZnS	150–200 200–1000 50–200 200–1000	1,7–97 0,04–11 1–5000 0,04–241	0,04–0,03 0,03±0,003 0,12–0,056 0,056±0,005
3	Ge	50–100 100–1000	3,3–4400 0,1–180	0,0092–0,0088 0,0088±0,0005
4	Si	50–100 100–850	0,8–3500 0,1–200	0,0083–0,0079 0,0079±0,0005
5	ZrO ₂	50–100 100–800	3,2–2800 0,16–180	0,024–0,021 0,021±0,002
6	ПММА	50–500 500–1000	0,26–1500 0,1–140	0,14–0,09 0,09±0,005
7	Плавле- ный кварц	50–900	0,1–3000	0,0005±0,00005
8	Zr _{46,8} Ti ₈ Cu 7,5Ni ₁₀ Be ₂₇ , 5	50–800 800–1200	0,08–3000 0,03–180	0,066–0,018 0,016±0,002
9	Сталь 10	50–800 800–1200	0,3–4200 0,01–250	0,06–0,034 0,032±0,003

точное положение по значениям скоростной чувствительности. Интересная особенность поведения H_d ($\dot{\epsilon}$) наблюдалась у LiF и ZnS. В области низких скоростей наклон был в несколько раз меньше, чем в области высоких значений скорости относительной деформации. Так, для LiF коэффициент скоростной чувствительности в 2,5 раза меньше, чем в интервале $\dot{\epsilon}$ от 10^{-1} до 10^2 с^{-1} , а для ZnS α в интервале $\dot{\epsilon}$ от 0,5 до 10^2 с^{-1} больше в 2,2 раза, чем в интервале $\dot{\epsilon}$ от 10^{-2} до $0,5 \text{ с}^{-1}$ (рис. 7).

Исследование коэффициента скоростной чувствительности α в зависимости от h_c показывает, что в достаточно широком интервале значений h_c наклон зависимости $\log(H_d/H_{st}) = f(\dot{\epsilon})$ остается практически неизменным (рис. 6), и только при переходе в область малых глубин начинает расти (см., например, для материала Сталь 10, рис. 6-б) с уменьшением h_c . Это ведет к росту величины α с уменьшением h_c для исследованных материалов в диапазоне h_c , меньше некоторого критического значения h'_c (см. рис. 8). Такая зависимость наблюдается практически для всех исследованных материалов. При этом материалы с $\frac{H_{st}}{E} < 0,04$ (LiF, Сталь

10, ZnS и др.) (рис. 8(б-в)) демонстрируют заметный рост α с уменьшением h_c , который зависит от типа исследуемого материала. Так, для LiF при уменьшении h_c от 1000 до 300 нм α остается практически неизменным и составляет $\alpha \approx 0,04$, а при уменьшении h_c в интервале от 300 до 30 нм возрастает от 0,04 до 0,06. Для других материалов из этой группы α возрастает на 50÷200%.

Начиная с $\frac{H_{st}}{E} > 0,04$, исследуемые материалы (Si, ZrO₂, Ge) (рис. 8а) демонстрируют уменьшение значения глубины, с которой начинается рост α . При этом материал с еще большим значением $\frac{H_{st}}{E} = \frac{0,9}{71} \approx 0,13 \pm 0,01$ (плавленный кварц) демонстри-

рует практически полное отсутствие зависимости α от h_c , вплоть до $h_c = 30$ нм. Типичные значения коэффициента α для всех исследуемых материалов в интервале глубин h_c от 1000 нм до 30 нм приведены в таблице 1.

Таким образом, исследуемые материалы можно разбить на три группы (рис. 7). В кристаллах с высоким отношением квазистатической твердости H_{st} к модулю Юнга E ($H_{st}/E \geq 0,04$) в исследуемом диапазоне h_c и $\dot{\epsilon}$ скоростная чувствительность H_d не проявлялась или была очень низкой. В то же время кристаллы с $H_{st}/E \leq 0,015$ демонстрировали сильную зависимость H_d от $\dot{\epsilon}$ и h_c – начиная с некоторой критической глубины h'_c . Материалы с $0,015 \leq H_{st}/E \leq 0,04$ занимают промежуточное место в скоростной зависимости твердости.

Кратко обсудим полученные результаты. В рамках простой феноменологической модели индентирования можно рассматривать как релаксационный процесс, в результате которого приложенные извне силы (напряжения) вызывают образование и движение дефектов структуры (дислокаций, междоузлий, двойников, зародышей новой фазы и др.), стремящихся понизить контактные напряжения. В статике твердость материала H_{st} определяется равновесием приложенных сил и сил сопротивления движению дефектов – носителей пластической деформации. В условиях малой продолжительности импульса приложенной силы и малой глубины отпечатка конечная скорость генерирования и движения дефектов могут ограничить глубину релаксации контактных напряжений, и динамическое значение H_d окажется большим, чем H_{st} . В самом общем случае зависимости $H_d = f(\dot{\epsilon})$ и $H_d = f(h_c)$ при наличии нескольких конкурирующих механизмов деформации могут иметь вид, схематически показанный на рис. 9. Горизонтальные участки зависимости $H_d = f(\dot{\epsilon})$ (рис. 9а) соответствуют ситуации, когда скорость релаксации напряжений по механизму, доминирующему в этом интервале $\dot{\epsilon}$, выше, чем скорость нагружения. Наклонные участки возникают тогда, когда характерные времена релаксационных процессов сопоставимы с продолжительностью нагружения, что эквивалентно появлению пиков внутреннего трения в этих условиях.

Появление наклонных участков (возрастание H с уменьшением h_c) на зависимости $H = f(h_c)$ может означать наряду с изменением свойств материала в поверхностном слое, изменение геометрических условий, необходимых для начала (проявления) того или иного доминирующего механизма релаксации напряжений.

Так, наклонные участки возрастания H с уменьшением h_c могут означать, что при заданных условиях нагружения ($\dot{\epsilon}$) геометрически необходимые условия недостаточны, чтобы реализовать последующие релаксационные процессы. Так, например, для реализации

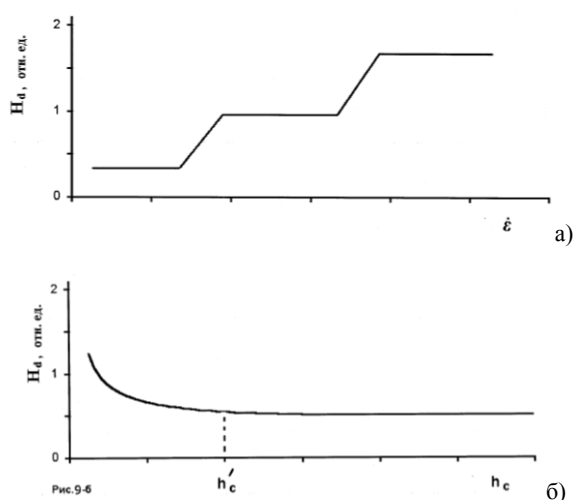


Рис. 9. Схематическое изображение зависимостей $H_d = f(\dot{\epsilon})$ (а) и $H_d = f(h_c)$ (б) при наличии нескольких конкурирующих механизмов деформации. Горизонтальные участки соответствуют ситуации, когда скорость релаксации напряжений по механизму, доминирующему в этом интервале $\dot{\epsilon}$, выше, чем скорость нагружения; наклонные участки – когда характерные времена релаксационных процессов сопоставимы с продолжительностью нагружения. h'_c – критическая величина глубины пластического отпечатка, при которой начинается рост H_d

дислокационных механизмов релаксации необходимо достигнуть таких размеров отпечатка, чтобы величина зоны сдеформированного участка соответствовала геометрически необходимому размеру области деформирования для формирования необходимого количества устойчивых дислокационных петель.

Причем очевидно, что эти условия будут различными для различных материалов (имеющих различную величину вектора Бюргера – b) и скоростей нагружения (из-за необходимости достижения некоторой критической глубины за время, когда величина $\dot{\epsilon}$ падает до некоторого критического значения).

Из этого обстоятельства (в совокупности с размерами деформированной зоны) можно извлечь информацию о природе и подвижности основных носителей пластической деформации. Изменение наклона зависимости $H_d(\dot{\epsilon})$ и $H_d(h_c)$, как, например, для LiF при $\dot{\epsilon} \sim 10^{-1} \text{ с}^{-1}$ и $h_c < 200 \text{ нм}$; ZnS $\dot{\epsilon} \sim 0,5 \text{ с}^{-1}$ и $h_c < 100 \text{ нм}$ (см. таблицу 1), по-видимому, соответствует переходу от одного преимущественного механизма релаксации напряжений к другому. Отсутствие скоростной зависимости H_d в некотором интервале $\dot{\epsilon}$ и h_c означает преобладание такого высокоэффективного (в данных условиях) механизма релаксации напряжений, который успевает обеспечивать квазистатические условия при самой высокой скорости деформирования в этом интервале $\dot{\epsilon}$ и h_c . Это, однако, не исключает существования и возможности выявления скоростных зависимостей H_d в других интервалах значений $\dot{\epsilon}$ и h_c .

Заметим, что наличие значительной пластической деформации под индентором при одновременном от-

сутствии или малой величине коэффициента скорост-

ной чувствительности H_d для плавленого кварца, Si, Ge, GaAs, $\text{Zr}_{46,8}\text{Ti}_9\text{Cu}_{7,5}\text{Ni}_{10}\text{Be}_{27,5}$, ZrO_2 и очень малом количестве или полном отсутствии образующихся дислокаций с крайне низкой их подвижностью при комнатной температуре, а также отсутствие зависимости H_d от h_c означает, на наш взгляд, что пластическую релаксацию в этих материалах обеспечивают недислокационные процессы: генерирование и движение из-под индентора неравновесных точечных дефектов, зародышей новых фаз или полос локализованного сдвига, индуцируемых высокими контактными давлениями.

Таким образом, в работе определены величины коэффициентов скоростной чувствительности нанотвердости ряда ионных и ковалентных кристаллов, металлов, металлических сплавов, объемных аморфных металлических сплавов, керамик и полимеров. Разделено влияние масштабного и скоростного факторов на коэффициент скоростной чувствительности твердости исследуемых материалов. Установлены критические значения глубины отпечатка и скорости относительной деформации, при которых начинается изменение коэффициента скоростной чувствительности нанотвердости.

ЛИТЕРАТУРА

1. Spearing S.M. // Acta Mater. 2000. V. 48. P. 179-196.
2. Poole Ch., Owens F. Introduction of Nanotechnology // John Wiley & Sons, Inc. Indianapolis. 2003. 400 p.
3. Binning G., Rohrer H. // Reviews of Modern Physics. 1999. V. 71. № 2. P. 324-330.
4. Marsh G. // Materials Today. 2003. February. P. 38-43.
5. Джонсон К. Механика контактного взаимодействия. М.: Мир, 1989. 510 с.
6. Морозов Е.Н., Зернин М.В. Контактные задачи механики разрушения. М.: Машиностроение, 1999. 544 с.
7. Дедков Г.В. // УФН. 2000. Т. 170. № 6. С. 585-618.
8. Oliver W.C., Pharr G.M. // J. Mater. Research. 1992. V. 7. № 6. P. 1564-1583.
9. Oliver W.C., Pharr G.M. // J. Mater. Research. 2004. V. 19. № 1. P. 3-20.
10. Штремель М.А. Прочность сплавов. М.: МИСИС, 1997. 527 с.
11. Боярская Ю.С., Грабко Д.З., Кац М.С. Физика процессов микроиндентирования. Кишинев: Штиинца, 1986. 295 с.
12. Булычев С.И., Алехин В.П. Испытание материалов непрерывным вдавливанием индентора. М.: Машиностроение, 1990. 225 с.
13. Stelmashenko N.A., Walls M.G., Brown L.M., Milman Yu.V. // Acta Metallurgica et Materialia. 1993. V. 41. P. 2855-2865.
14. Ma Q., Clarke D.R. // J. Mater. Res. 1995. V. 10. № 4. P. 853-863.
15. McElhaney K.W., Vlassak J.J., Nix W.D. // J. Mater. Research. 1998. V. 13. № 5. P. 1300-1306.
16. Nix W.D., Gao H. // J. Mech. & Phys. of Solids. 1998. V. 46. № 3. P. 411-425.
17. Atkinson M. // J. Mater. Sci. 1995. V. 30. № 7. P. 1728-1732.
18. Chaudhri M.M., Wells J.K. and Stephens A. // Phil. Mag. A. 1981. V. 43. № 3. P. 643-664.
19. Головин Ю.И., Иулин Ю.Л., Тюрин А.И. // ДАН. 2003. Т. 392. № 3. P. 1-4.
20. Головин Ю.И., Иволгин В.И., Коренков В.В., Тюрин А.И. // ЖТФ. 2000. Т. 70. Вып. 5. С. 82-91.
21. Головин Ю.И. Введение в нанотехнологию. М.: Машиностроение, 2003. 112 с.
22. Golovin Yu.I., Tyurin A.I., Farber B.Ya. // Phil. Mag. A. 2002. V. 82. № 10. P. 1857-1864.
23. Golovin Yu.I., Tyurin A.I. and Farber B.Ya. // J. of Materials Science. 2002. V. 37. P. 895-904.
24. 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) и МО РФ, грант в области естественных наук (шифр E02-3.4-263).

Поступила в редакцию 2 июня 2004 г.

