

**РАЗМЕРНЫЕ ЭФФЕКТЫ В ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВАХ И  
МИКРОМЕХАНИЗМЫ ЛОКАЛЬНОГО ДЕФОРМИРОВАНИЯ  
ПРИ НАНО- И МИКРОИНДЕНТИРОВАНИИ**

**Головин Ю.И., Тюрин А.И., Пирожкова Т.С.**

*Научно-исследовательский институт «Нанотехнологии и наноматериалы» ФБГОУ  
ВО «Тамбовский государственный университет имени Г.Р. Державина»,  
г. Тамбов, Россия, E-mail: golovin@tsu.tmb.ru*

Физико-механические свойства многих материалов (как традиционных, так и особенно новых, наноструктурированных) в субмикронных и нано- объемах, тонких пленках и приповерхностных слоях могут сильно отличаться от макроскопических. Такое различие принято квалифицировать как размерные эффекты (РЭ) [1–4].

В качестве характерного размера  $R^*$ , определяющего границу перехода между макроскопическими и наноразмерными свойствами, могут выступать как внешние геометрические размеры образца, радиус контактного пятна при локальном деформировании, так и характерные размеры микроструктуры (размеры фаз, зерен, пор, дислокационных скоплений, двойников, толщина слоев/пленок и др.). С точки зрения чувствительности нано- и микромеханических свойств к величине  $R^*$  все материалы можно условно разделить на два класса – имеющие РЭ и не демонстрирующих таковых (по крайней мере, в диапазоне  $R^*$  от единиц nm до многих десятков  $\mu\text{m}$ ) [4-9]. Атомные механизмы столь различного поведения не вполне ясны.

Целью работы было исследование РЭ в твердости; проведение термоактивационного анализа и выявление доминирующих атомных механизмов локального деформирования материала под индентором на разных стадиях его погружения, т.е. при разном характерном размере зоны пластической деформации, за который принималась глубина отпечатка  $h$ ; установление взаимосвязи между РЭ и атомными механизмами локального деформирования ряда репрезентативных представителей материалов различных классов.

Для исследования были выбраны репрезентативные представители материалов различных классов: мягкие металлы (монокристаллический Al, поликристаллические Cu, Nb, Ni); жесткие ионные и ковалентные монокристаллы (сапфир, кремний, фторид лития); полимеры (поликарбонат, PC и политетрафторэтилен, PTFE); наноструктурированная TZP керамика с размером зерен  $\sim 130$  nm на основе бадделеита – природного диоксида циркония и аморфный материал (плавный кварц).

В совокупности эти материалы охватывают широкий диапазон упругих и прочностных свойств: около 3 порядков по твердости  $H$  и более 2 порядков по модулю Юнга  $E$ .

Измерение твердости на микро- и наноуровне проводили на нанотрибоиндентометре (TribolIndenter TI-950) фирмы Hysitron (USA) в диапазоне нормальной силы от 10  $\mu\text{N}$  до 1 N, прикладываемой к индентору. Для испытаний в микро- и макрошкале использовали твердомеры G200 фирмы MTS (USA), Duramin A300 фирмы Struers (Denmark) и TNi-micro (собственной разработки). Значения  $E$  и  $H_0$  определяли по методике Оливера-Фарра [9] из характерных  $P-h$  диаграмм.

Анализ зависимостей твердости от глубины отпечатка для исследованных материалов показывает, что твердость поликарбоната и сапфира, как и плавного кварца, не зависит от  $P$  и  $h$ , оставаясь практически постоянной в диапазоне глубин отпечатка от нескольких десятков nm до нескольких  $\mu\text{m}$ . Другая группа материалов (TZP керамика, Si, LiF, PTFE и др.) демонстрирует слабую размерную зависимость твердости, проявляющуюся в уменьшении ее величины с ростом глубины отпечатка в диапазоне от 100 nm до нескольких десятков  $\mu\text{m}$ , а также еще большее уменьшение твердости с уменьшением нагрузки и глубины отпечатка в область  $h < 100$  nm.

Наиболее ярко РЭ проявляется в исследованных металлах (Al, Cu, Nb, Ni), у которых на зависимостях  $\lg H(\lg h_c)$  можно выделить несколько прямолинейных участков, имеющих различные коэффициенты наклона  $n$ . Так, например, для Cu, Nb и Ni РЭ проявляется вплоть до глубины в несколько  $\mu\text{m}$ , после которой начинается

область с  $H=\text{const}$ . Для Al участок с  $n=0.17$  простирается по  $h_c$  более, чем на три порядка величины (от 30 nm и, по меньшей мере, до 90  $\mu\text{m}$ ), и даже при такой глубине еще не достигается состояние с  $H=\text{const}$ .

Для выявления физических причин наличия или отсутствия РЭ, а также выяснения микромеханизмов массопереноса под индентором был проведен термоактивационный анализ и определены активационные и энергетических параметры (активационный объем  $-\gamma$  и удельная энергия образования пластического отпечатка -  $W$ ) процесса локального деформирования [4, 10-14].

Анализ зависимостей  $\gamma$  и  $W$  от  $h$  показывает, что в исследованном диапазоне глубин (от 20 nm до нескольких десятков  $\mu\text{m}$ ) значения величин  $\gamma$  для плавленого кварца, PC, Si и PTFE вначале растут до некоторого критического значения глубины отпечатка  $h_{cr}$ , а затем остаются практически постоянными (например, для плавленого кварца  $-h_{cr} \approx 100$  nm, для поликарбоната  $h_{cr} \approx 200$  nm). Для сапфира, TZP керамики, LiF и Al числовые значения  $\gamma$  растут во всем исследованном диапазоне  $h$ .

Величина  $W$  для всех исследованных материалов вначале растет до некоторого значения  $h_w$ , принимая при этом максимальные значения, а затем начинает уменьшаться с ростом  $h$  и выходит на постоянный уровень. При этом, для плавленого кварца, PC и PTFE достижение значений  $h_{cr}$ , отмечаемое как выход на насыщение величины  $\gamma$ , соответствует и выходу на постоянные значения величины  $W$  (см. рис.1).

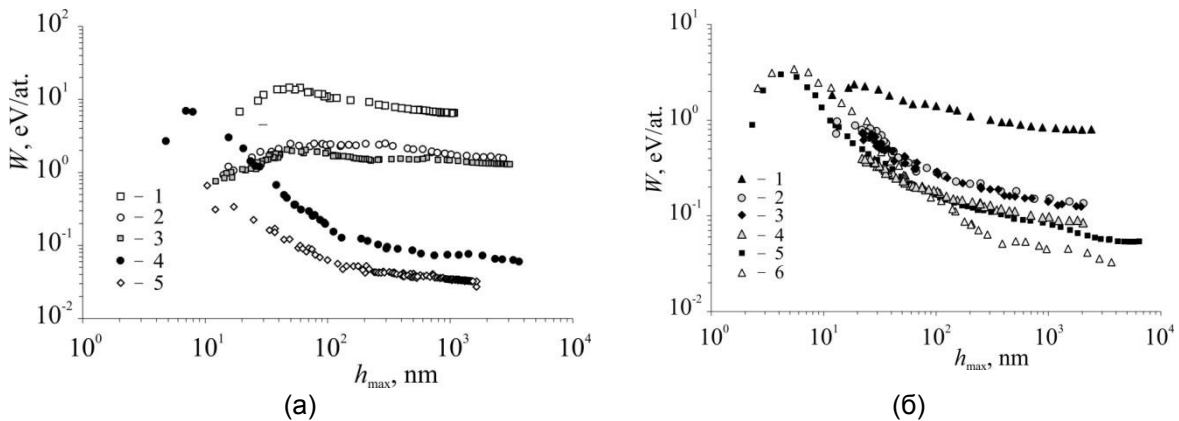


Рисунок 1 – Зависимость удельной энергии  $W$ , рассеиваемой при формировании отпечатка, от максимальной глубины отпечатка –  $h_{\text{max}}$ .  
 а) сапфир (1), TZP керамика (2), плавленый кварц (3), политетрафторэтилен (4), поликарбонат (5);  
 б) Si (1), Nb (2), Ni (3), Cu (4), LiF (5), Al (6)

Числовые значения величин  $\gamma$  и  $W$ , полученные для исследованных материалов в интервале  $h_{\text{max}}$  от нескольких десятков nm до единиц  $\mu\text{m}$ , составляют от  $10^{-31}$  до  $2 \cdot 10^{-27}$   $\text{m}^3$  и от 0.025 до 10 eV/atom соответственно (в зависимости от типа исследуемого материала и глубины отпечатка).

Низкие значения  $\gamma$ , составляющие  $\sim b^3$  (для кристаллических материалов), и порядка нескольких атомарных объемов (для аморфных и полимерных материалов) и высокие –  $W$  (от нескольких десятых долей до единиц eV/atom), полученные на начальных стадиях формирования отпечатка, характерны для моно- и/или малоатомных механизмов локального деформирования.

Выход на насыщение величин  $\gamma$  и  $W$  при глубинах отпечатка выше некоторого критического значения, характерного для каждого исследованного материала (см. рис.1), может означать начало установившегося доминирующего процесса пластической деформации материала под индентором. На этом участке высокие числовые значения величин  $\gamma$  и низкие для  $W$ , полученные для ряда исследованных материалов (LiF, Al, PC и PTFE), свидетельствуют в пользу многоатомных микромеханизмов пластичности. И для LiF, и для Al они согласуются со значениями, характерными для дислокационного течения.

Таким образом, методами микро- и наноиндентирования в широком диапазоне глубины отпечатка  $h$  (от десятков nm до нескольких  $\mu\text{m}$ ) изучены размерные эффекты в

твердости нескольких классов материалов: ионные и ковалентные монокристаллы (сапфир, кремний, фторид лития); металлы (монокристаллический Al, поликристаллические – Cu, Ni, Nb); керамики (высокопрочная наноструктурированная TZP керамика на основе природного минерала диоксида циркония – бадделеита); аморфные материалы (плавленый кварц); полимеры (поликарбонат и политетрафторэтилен). Показано, что некоторые из них демонстрируют сильные РЭ в твердости, другие – слабые, а третьи – вовсе их отсутствие. Проведен термоактивационный анализ и определены активационные и энергетические характеристики процессов локального деформирования под индентором, которые поставлены в соответствие с доминирующими микромеханизмами пластичности исследованных материалов на разных стадиях формирования отпечатка, а также с особенностями РЭ.

*Исследования выполнены при поддержке гранта Российского научного фонда (проект № 15-19-00181).*

### Список литературы:

1. Springer Handbook of Nanotechnology / ed. B. Bhushan. Springer-Verlag, Berlin. (2010). 1968 p.
2. Головин Ю.И. Основы нанотехнологий. Машиностроение, М. (2012). 656 с.
3. Fischer-Cripps A.C. Nanoindentation. Springer, New York. (2011). 279 p.
4. Головин Ю.И. Наноиндентирование и его возможности. Машиностроение, М. (2009). 312 с.
5. Nix W.D., Gao H. // Journal of the Mechanics and Physics of Solids. 1998. V. 46. N 3. P. 411-422.
6. Головин Ю.И. // ФТТ. 2008. V. 50. N 12. С. 2113-2142.
7. Головин Ю.И., Васюков В.М., Коренков В.В., Столяров Р.А., Шуклинов А.В., Поляков Л.Е. // ЖТФ. 2011. Т. 81. N 5. С. 55-58.
8. Головин Ю.И., Тюрин А.И., Асланян Э.Г., Пирожкова Т.С., Воробьев М.О. // Измерительная техника. 2016. № 9. С. 7-10.
9. Oliver W.C., Pharr G.M. // J. Mater. Res. 2004. V. 19. N 1. P. 3-14.
10. Головин Ю.И., Тюрин А.И. // Кристаллография. 1995. Т. 40. № 5. С. 884-888.
11. Головин Ю.И., Иунин Ю.Л., Тюрин А.И. // ДАН. 2003. Т. 392. № 3. С. 336-339.
12. Викторов С.Д., Головин Ю.И., Кочанов А.Н., Тюрин А.И., Шуклинов А.В., Шуварин И.А., Пирожкова Т.С. // Физико-технические проблемы разработки полезных ископаемых. 2014. Т. 50. Т 4. С. 46-54.
13. Головин Ю.И., Тюрин А.И., Хлебников В.В. // ЖТФ. 2005. Т. 75. N 4. С. 91-95.
14. Golovin Yu.I., Tyurin A.I., Farber V.Ya. // Philosophical Magazine A. 2002. V. 82. N 10. P.1857-1864.