

УДК 539.3

МАСШТАБНАЯ ЗАВИСИМОСТЬ ХАРАКТЕРИСТИК ПЛАСТИЧНОСТИ МАТЕРИАЛОВ ПРИ НАНОИНДЕНТИРОВАНИИ¹

© В.В. Коренков, А.Ю. Наседкин

Ключевые слова: наноиндентирование, показатель пластичности, размерный эффект.

Проведены исследования масштабной зависимости характеристик пластичности δ_H и δ_A , определяемых методом непрерывного вдавливания индентора. Показано, что обе они не являются строго инвариантными во всех масштабных шкалах. Предполагается, что до границы микрообласти происходит смена доминирующих механизмов пластического течения от обусловленных движением атомарных дефектов и их малоатомных кластеров на ранних стадиях формирования отпечатка ($h \leq 50$ нм) к дислокационным механизмам на более поздних стадиях.

Изучение механических свойств материалов всегда было актуальной и важной задачей в связи с тем, что эти свойства являются ключевыми при расчетах и конструировании всех создаваемых человеком объектов. На этом фоне представляется важным исследование пластичности материала как параметра, однозначно характеризующего отклик материала на внешнюю нагрузку [1]. Особенный интерес связан с рассмотрением пластичности материалов в различных размерных шкалах, и наиболее перспективными здесь являются исследования пластичности на микро- и особенно наномасштабе. Это диктуется приоритетными направлениями в современной промышленности: созданием тонкопленочных материалов и покрытий, внедрением квантовой электроники, в медицине – использованием контейнеров для транспортировки лекарств к пораженным органам, и другими аспектами развития высокотехнологического общества. Отдельно и особо остро стоит проблема трения и износа материалов, т. к. по современным представлениям эти процессы протекают в малой контактной области, представляющей из себя площадку площадью в несколько квадратных нанометров. Первопричиной процессов трения и износа является пластическая деформация малого (порядка ~ 100 нм³) объема твердого тела в таком элементарном контакте. Проблема точного теоретического описания трибологических процессов не решена по сей день, хотя такой механический процесс как трение известен человечеству с древних времен. Что касается механизмов износа и трения в наномасштабе, то эта проблема еще более далека от своего решения в силу того, что реальные исследования в этом направлении начались всего несколько лет назад в связи с разработкой микро- и нанозлектромеханических устройств (MEMS/NEMS). Исходя из вышесказанного, определение масштабных и временных характери-

стик и исследование механизмов пластичности в наномасштабах должно пролить свет на проблемы трибологии.

В настоящий момент известно порядка 10 величин для характеристики механических свойств материала. Но в своем стремлении к абсолютному человеку всегда искал единственное, универсальное решение проблемы. Не стала исключением и проблема характеристики механических свойств. Любому твердому телу присущи два вида отклика на деформирующие усилия: упругость и пластическое течение. Соответственно, универсальный показатель должен включать в себя эти процессы. Такой показатель – пластичность материала, есть отношение пластической деформации к общей деформации:

$$\delta = \frac{\varepsilon_p}{\varepsilon_t} = \frac{\varepsilon_p}{\varepsilon_p + \varepsilon_e} = 1 - \frac{\varepsilon_e}{\varepsilon_t}, \quad (1)$$

где ε_p , ε_e и ε_t – пластическая, упругая и полная деформации образца, соответственно [1].

Характеристика пластичности материала δ может быть экспериментально измерена как при непосредственной макроскопической деформации всего объема образца (например, при одноосном растяжении в деформационной машине), так и при локальном нагружении поверхности образца зондом с известной конфигурацией острия (индентирование) [2]. Принимая во внимание зависимость характеристики пластичности δ от степени общей деформации образца ε , пластичность различных материалов целесообразно сравнивать только при одинаковых условиях деформирования, т. е. при $\varepsilon_t = const$. Это условие автоматически выполняется при индентировании материалов с помощью зондов правильной пирамидальной формы (инденторы Виккерса или Берковича). Одновременно, метод индентирования можно использовать в очень широком диапазоне испытательных нагрузок, что позволяет изучать характеристики пластичности материала и в макро-, и в микро- и наномасштабах. Кроме того, специфика техники индентирования и распределения полей механических на-

¹ Работа выполнена в рамках Приоритетного национального проекта «Образование» при частичной финансовой поддержке грантов РФФИ (проекты № 06-08-01433, № 06-02-96316 и № 07-02-00906).

пряжений под индентором таковы, что позволяют исследовать пластические характеристики даже таких материалов, которые при макроскопических испытаниях разрушаются до начала пластического течения. Таким образом, индентирование позволяет исследовать пластичность микро- и нанообъектов, тонкопленочных покрытий, приповерхностных слоев материалов практически любой прочности.

В данной работе изучалось поведение показателей пластичности в диапазоне глубин испытательных отпечатков от 10 нм до 1 мкм. Методика расчета характеристик пластичности из результатов индентирования в соответствии с формулой (1) впервые представлена и опубликована авторами работ [2]. В данной работе в качестве показателей пластичности выбраны характеристики δ_H и δ_A , определяемые по формулам (2) и (3):

$$\delta_H = 1 + (1 - \nu - 2\nu^2) \frac{H}{E \sin \theta} \frac{1}{\ln(\sin \theta)}, \quad (2)$$

$$\delta_A = 1 - \frac{A_p}{A_t}, \quad (3)$$

где H – твердость по Мейеру, соответствующая среднему контактному давлению в отпечатке, E – модуль упругости, ν – коэффициент Пуассона, θ – полуугол при вершине эквивалентного конусного индентора (для индентора Берковича $\theta = 63,5^\circ$), A_p – работа пластической деформации, A_t – общая работа индентирования.

Для расчета характеристики δ_H необходимы параметры H и E вычисляемые из диаграммы $P(h)$ по методу Оливера-Фарра [3]. Работа пластической деформации A_p и работа формирования отпечатка A_t извлекаются непосредственно из $P(h)$ диаграммы (рис. 1).

Для исследований использовались керамика на основе двуокиси циркония ZrO_2 с добавкой Al_2O_3 (международное обозначение – ATZ), нитрид галлия GaN, вольфрам W. Эти материалы относятся к различным группам соединений – керамикам, смешанным полупроводникам типа A^{III}B^V и чистым металлам (степень

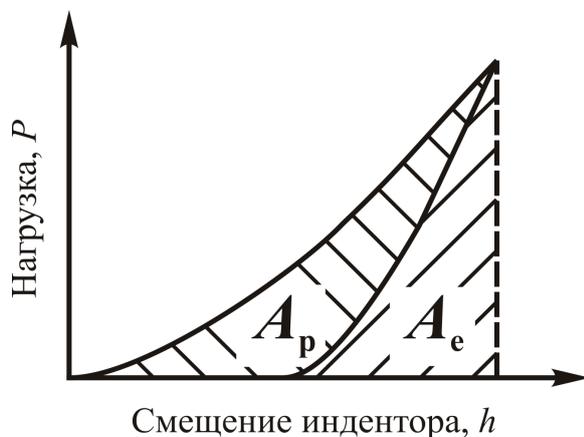


Рис. 1. Определение работы пластической деформации A_p и общей работы индентирования A_t из диаграммы нагружения ($A_t = A_p + A_e$)

чистоты образца 99,99 %). Такой выбор материалов для исследования, характеризующихся близкими значениями микротвердости H , должен позволить оценить влияние их структурных особенностей на пластичность в микро- и наномасштабе.

Эксперименты производилось на приборе Nano Indenter G200 фирмы MTS Systems. В процессе индентирования с высокой точностью регистрировалась глубина погружения индентора h и прикладываемая нагрузка P . Прибор G200 представляет возможность широкого выбора режимов непрерывного вдавливания индентора. В данном случае нагружение осуществлялось в режиме постоянной скорости относительной деформации, что давало возможность исключения влияния скоростного фактора на характеристики пластичности. Индентирование производилось стандартным индентором Берковича с радиусом эквивалентного сферического притупления кончика $R \leq 10$ нм. Несовершенство геометрии индентора, тепловой дрейф, неидеальная жесткость силовой рамы, сдвиг начала отсчета на глубину отпечатка от первого контакта при автоматическом поиске поверхности автоматически учитывалось программой TestWork, и результаты измерений корректировались с учетом этих поправок. Все результаты усреднялись по данным 10 измерений в одинаковых условиях.

Типичный вид диаграмм нагружения при наноиндентировании исследуемых материалов приведен на рис. 2. Данные диаграммы получены в режиме ограничения смещения индентора при погружении в исследуемый материал величиной $h = 100$ нм. Как следует из этого рисунка, одинаковой (в пределах погрешности) глубины индентор достигает в разных материалах при различной нагрузке, что свидетельствует о различной микротвердости образцов: $H_{ATZ} = 17,4$ ГПа, $H_{GaN} = 18,6$ ГПа, $H_W = 7,2$ ГПа.

Из диаграмм нагружения и обработки данных по формулам (2), (3) получены зависимости характеристик пластичности δ_H и δ_A от глубины непрерывного внедрения стандартного индентора Берковича, представленные на рис. 3 и рис. 4. Как и следовало ожидать, наибольшее значение δ_H имеет вольфрам. Среднее значение для W $\delta_H \sim 0,9$ достаточно хорошо согласуется с литературными данными для высокочистых металлов с ВСС (кубическая объемно-центрированная) решеткой [4]. Характеристики пластичности δ_H для ATZ и GaN отличаются достаточно слабо, хотя в наномасштабе ($20 \text{ нм} < h < 200 \text{ нм}$) это различие более существенно ($\delta_H \approx 0,67$ для ATZ и $\delta_H \approx 0,62$ для GaN), чем в микрообласти ($h \geq 1 \text{ мкм}$), где это различие в пределах погрешности вообще сходит на нет (рис. 3). Из рис. 3 следует также общая для всех исследованных материалов тенденция уменьшения характеристики пластичности δ_H на начальной стадии внедрения индентора вплоть до $h \approx 50$ нм. Если для W это уменьшение не превышает 1 %, то для ATZ оно составляет более 30 %, а для GaN величина δ_H уменьшается вдвое. Это обстоятельство, по-видимому, отражает разное влияние структурных особенностей материала на процесс формирования отпечатка на ранних стадиях внедрения индентора. Слабое уменьшение δ_H соответствует материалу с наименьшей твердостью, ВСС кристаллографической решеткой и нековалентным доминирующим характером связи.

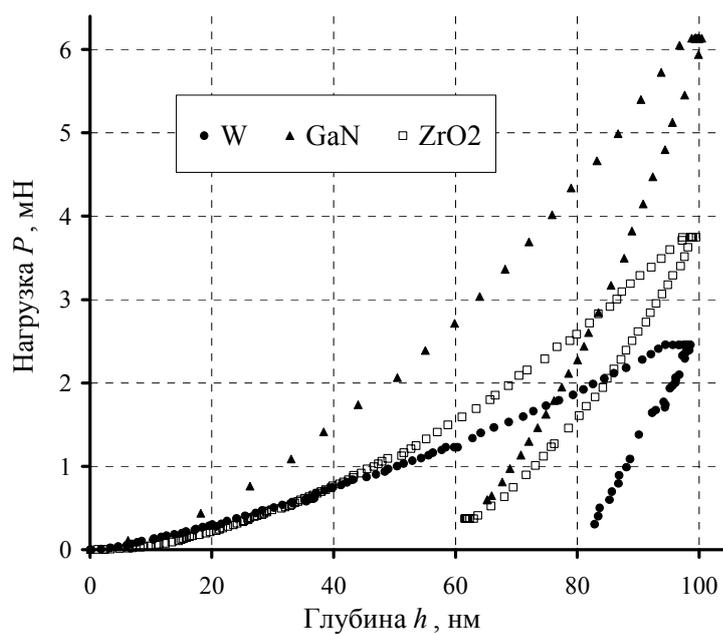


Рис. 2. Вид диаграмм нагружения при одинаковой глубине погружения индентора

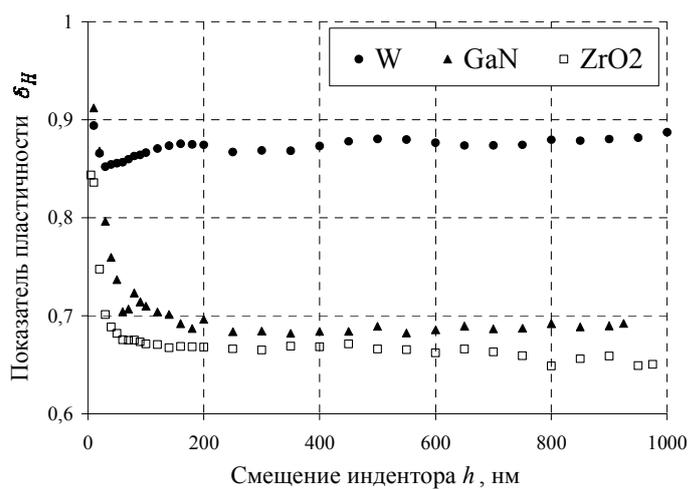


Рис. 3. Зависимость показателя пластичности δ_H от глубины внедрения индентора

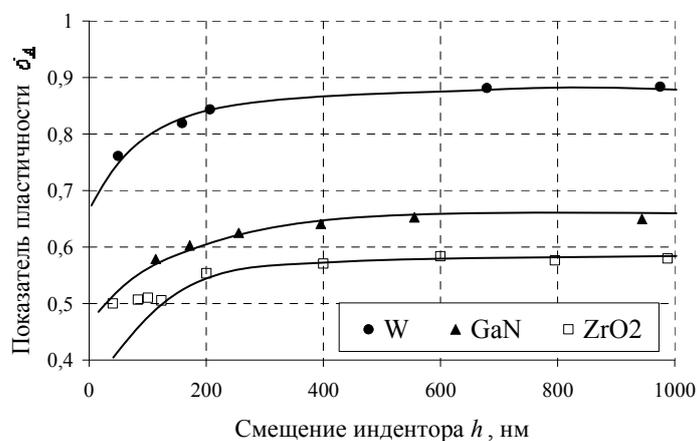


Рис. 4. Зависимость показателя пластичности δ_A от глубины внедрения индентора

Из рис. 3 также следует, что все изменения величины δ_H за пределами наномасштабной области ($h \geq 200$ нм) значительно слабее, чем в этой области. Это может свидетельствовать о том, что пластическое течение материала в нанобъемах имеет более многочисленную и жесткую конкуренцию со стороны других процессов, ответственных за формирование отпечатка индентора, чем за пределами этой зоны, когда дислокационный механизм формирования отпечатка признается доминирующим всеми исследователями [5]. Поэтому нам представляется, что вывод, сделанный в [6] относительно того, что для материалов с $\delta_H > 0,5$ различие между характеристиками пластичности в микро- и наномасштабах несущественно, нуждается в более тщательной проверке на еще более широком круге материалов.

В пользу этого свидетельствует также и тот факт, что поведение характеристик пластичности δ_H и δ_A можно признать адекватным только для вольфрама. Поведение характеристики δ_A для двух других материалов отличается от δ_H особенно в наномасштабе. Прежде всего, по абсолютной величине $\delta_H > \delta_A$ более чем на 10 %, что лежит за пределами погрешности измерений. Во-вторых, в области $h \leq 200$ нм параметр δ_A только растет (рис. 4), в отличие от δ_H (рис. 3) в той же области. Так как энергетический подход, на котором основано определение δ_A , свободен от влияния любых неопределенностей, связанных с измерением глубины отпечатка, влиянием pile up и sink in, несовершенства кончика индентора и других методологических факторов, то можно сделать вывод, что существенное различие δ_H и δ_A именно в наномасштабе обусловлено факторами, имеющими большее отношение к методике проведения эксперимента и коррекции его результатов, чем собственно к характеристике пластичности самих материалов. Тот факт, что при приближении к $h = 1$ мкм $\delta_A \rightarrow \delta_H$, также свидетельствует в пользу этого предположения.

Проведенное впервые исследование масштабной зависимости характеристик пластичности δ_H и δ_A , определяемых методом непрерывного вдавливания индентора, показало, что обе они не являются строго инвариантными во всех масштабных шкалах. В наномасштабе ($h \leq 200$ нм) обе характеристики пластичности претерпевают существенное изменение (от 3 до 100 %

в зависимости от рода материала), которое практически сходит до нуля еще до достижения границ микромасштабов ($h = 1$ мкм). Можно предположить, что в этих границах происходит смена доминирующих механизмов пластического течения от обусловленных движением атомарных дефектов и их малоатомных кластеров на ранних стадиях формирования отпечатка ($h \leq 50$ нм) к дислокационным механизмам на более поздних стадиях. При $h \geq 1$ мкм дислокационный механизм пластичности окончательно утверждается в качестве доминирующего, что соответствует стабилизации обеих характеристик пластичности δ_H и δ_A на постоянном уровне.

ЛИТЕРАТУРА

1. Мильман Ю.В. // Ceramics. Polish ceramic bulletin. 1995. Т. 47. № 9. С. 47–61.
2. Галанов Б.А., Мильман Ю.В., Чугунова С.И., Гончарова И.В. // Сверхтвердые материалы. 1999. № 3. С. 25–38.
3. Oliver W.C., Pharr G.M. // J. Mater. Research. 1992. V. 7. № 6. P. 1564–1583.
4. Milman Yu.V. // J. Phys. D: Appl. Phys. 2008. V. 41. № 7. P. 1–9.
5. Nix W.D., Gao H. // J. Mech.&Phys. of Solids. 1998. V. 46. P. 411–425.
6. Milman Yu., Dub S., Golubenko A. // Mater. Res. Soc. Symp. Proc. 2008. V. 1049. P. 123–128.

Поступила в редакцию 16 ноября 2008 г.

Korenkov V.V., Nasedkin A.Y. Size dependences of materials plasticity characteristics by nanoindentation tests. Size dependences of plasticity characteristics δ_H and δ_A were researched. These characteristics are defined by continuously indentation tests. Plasticity characteristics are strictly invariant at all size scales. It is supposed that the change of dominating mechanisms of plastic flow occur at border of microcontact area ($h \leq 50$ nm) and dislocational deformation occur at the later stages.

Key words: nanoindentation, plasticity index, dimensional effect.

LITERATURE

1. Milman Yu.V. // Ceramics. Polish ceramic bulletin. 1995. V. 47. N 9. P. 47–61.
2. Galanov B.A., Milman Yu.V., Chugunova S.I., Goncharova I.V. // Superhard Materials. 1999. N 3. P. 25–38.
3. Oliver W.C., Pharr G.M. // J. Mater. Research. 1992. V. 7. № 6. P. 1564–1583.
4. Milman Yu.V. // J. Phys. D: Appl. Phys. 2008. V. 41. № 7. P. 1–9.
5. Nix W.D., Gao H. // J. Mech.&Phys. of Solids. 1998. V. 46. P. 411–425.
6. Milman Yu., Dub S., Golubenko A. // Mater. Res. Soc. Symp. Proc. 2008. V. 1049. P. 123–128.