

Міністерство освіти і науки України
Луцький національний технічний університет
Факультет комп'ютерних та інформаційних технологій
Кафедра автоматизації та комп'ютерно-інтегрованих технологій

**КВАЛІФІКАЦІЙНА РОБОТА
ЗА СТУПЕНЕМ ВИЩОЇ ОСВІТИ «МАГІСТР»**

**ДОСЛІДЖЕННЯ ДИНАМІКИ ПЛАСТИЧНОЇ ДЕФОРМАЦІЇ
ПРИ МІКРО- ТА НАНОІДЕНТЕРУВАННІ**

**STUDY OF THE DYNAMICS OF PLASTIC DEFORMATION
DURING MICRO- AND NANOINDENTATION**

спеціальність 176 Мікро- та наносистемна техніка
(шифр і назва спеціальності)

освітня програма «Мікро- та наносистемна техніка»
(назва освітньої програми)

Виконав: здобувач вищої освіти
групи МНТм-21
ДИКСА Віктор Васильович

(підпис)

Керівник:
К.т.н., доцент
ЛАПЧЕНКО Юрій Сергійович

(підпис)

Кваліфікаційну роботу
допущено до захисту
«__» _____ 2025 р.
К.т.н., доцент
Гарант освітньої програми:
ЛАПЧЕНКО Юрій Сергійович

(підпис)

Луцьк – 2025 року

ЛУЦЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ

Факультет: комп'ютерних та інформаційних технологій

Кафедра: автоматизації та комп'ютерно-інтегрованих технологій

Ступінь вищої освіти: магістр

Галузь знань: 17 Електроніка, автоматизація та електронні комунікації

Спеціальність: 176 Мікро- та наносистемна техніка

Освітня програма: «Мікро- та наносистемна техніка»

ЗАТВЕРДЖУЮ

Завідувач кафедри

д.т.н., професор Повстяной О.Ю.

«__» _____ 2025 р.

ЗАВДАННЯ НА КВАЛІФІКАЦІЙНУ РОБОТУ ЗДОБУВАЧУ ВИЩОЇ ОСВІТИ

Диксі Віктору Васильовичу

(прізвище, ім'я, по батькові)

1. Тема кваліфікаційної роботи Дослідження динаміки пластичної деформації при мікро- та наноіндентуванні

Керівник роботи: к.т.н., доцент *Лапченко Юрій Сергійович*

затверджені наказом закладу вищої освіти від «27» червня 2025 р. № 304/01-02

2. Строк подання здобувачем вищої освіти кваліфікаційної роботи «01» грудня 2025 р.

3. Вихідні дані до роботи: динаміка деформування, мікромеханізми масопереносу та їх роль у пластичній деформації матеріалів з різною структурою при мікро- та наноіндентуванні в умовах, наближених до реальних наноконтактних процесів; використовувався модернізований прилад для динамічних вимірювань твердості в мікро- та нанометровому масштабі; діапазон вимірюваних глибин занурення індентора в матеріал: у межах від 1 нм до 10 мкм з точністю не гірше за 1 нм; діапазон тимчасових параметрів навантаження: від 2 мс до 1000 с при роздільній здатності не гірше 0,1 мс.

4. Зміст розрахунково-пояснювальної записки (перелік питань, що потрібно розробити):

Анотація. Вступ. 1. Аналіз вихідних даних та шляхи вирішення поставленого завдання. 2. Теоретична частина. 3. Експериментально-розрахункова частина. 4. Спеціальна частина. Загальні висновки та рекомендації. Список використаних джерел.

5. Перелік графічного матеріалу:

Графічний матеріал виконано у вигляді презентації, яка складається з 15 слайдів.

6. Консультанти розділів роботи

Розділ	Прізвище, ініціали та посада консультанта	Підпис	
		завдання видав	завдання прийняв
<i>Аналіз вихідних даних та шляхи вирішення поставленого завдання</i>	<i>Лапченко Ю.С.</i>		
<i>Теоретична частина</i>	<i>Лапченко Ю.С.</i>		
<i>Експериментально-розрахункова частина</i>	<i>Лапченко Ю.С.</i>		
<i>Спеціальна частина</i>	<i>Лапченко Ю.С.</i>		
<i>Нормоконтроль</i>	<i>Лапченко Ю.С.</i>		
<i>Гарант ОПП</i>	<i>Лапченко Ю.С.</i>		
<i>Показник запозичень тексту</i>		0,53%	
<i>Академічна доброчесність</i>	<i>Федік Л.Ю.</i>		

7. Дата видачі завдання «27» червня 2025 р.

КАЛЕНДАРНИЙ ПЛАН

№ з/п	Назва етапів кваліфікаційної роботи	Строк виконання етапів роботи	Примітка
1.	<i>Аналіз вихідних даних та шляхи вирішення поставленого завдання</i>	До 01.10.2025 р.	
2.	<i>Теоретична частина</i>	До 15.10.2025 р.	
3.	<i>Експериментально-розрахункова частина</i>	До 01.11.2025 р.	
4.	<i>Спеціальна частина</i>	До 15.11.2025 р.	
5.	<i>Загальні висновки та рекомендації</i>	До 17.11.2025 р.	
6.	<i>Оформлення пояснювальної записки</i>	До 20.11.2025 р.	
7.	<i>Оформлення презентації</i>	До 23.11.2025 р.	
8.	<i>Нормоконтроль</i>	До 25.11.2025 р.	
9.	<i>Інструментальна перевірка і експертне оцінювання рівня унікальності тексту</i>	До 28.11.2025 р.	
10.	<i>Представлення роботи до захисту</i>	До 01.12.2025 р.	

Здобувач вищої освіти

_____ (Дикса В. С.)
(підпис) (прізвище, ініціали)

Керівник кваліфікаційної роботи

_____ (Лапченко Ю. С.)
(підпис) (прізвище, ініціали)

АНОТАЦІЯ

Дикса В. В. Дослідження динаміки пластичної деформації при мікро- та наноідентеруванні. Рукопис.

Кваліфікаційна робота магістра ОП «Мікро- та наносистемна техніка» спеціальності 176 Мікро- та наносистемна техніка. Луцький національний технічний університет. Луцьк, 2025.

Кваліфікаційна робота магістра складається з вступу, чотирьох розділів, висновків, списку використаних джерел, додатків.

Кваліфікаційна робота присвячена дослідженню динаміки пластичної деформації при мікро- та наноідентеруванні. Актуальність теми обумовлена збільшеним останнім часом інтересом до розробки нових методів неруйнівного контролю та дослідження механічних властивостей матеріалів на новому наномасштабному рівні характерних розмірів об'єкта або області матеріалу, що деформується. Дана задача може бути вирішена шляхом розробки методів динамічного ідентерування (з високим просторовим і тимчасовим дозволом одночасно) та дослідження кінетики формування відбитка в різних умовах навантаження, зокрема змін, що варіюються, амплітуди, форми та характерних часів імпульсу навантаження. З високою просторовою та часовою роздільною здатністю досліджено динаміку формування відбитка. Виявлено багатостадійність формування відбитка при різних способах навантаження індентора (стрибкоподібне, трапецеїдальне, ступінчасто-наростаюче).

Ключові слова: індентор, наноідентерування, нанотвердість, кластер, аморфний сплав, пластична деформація.

ANNOTATION

Dykxa V. Study of the dynamics of plastic deformation during micro- and nanoindentation. Manuscript.

Qualification work of the master of OP «Micro- and nanosystem technology» specialty 176 Micro- and nanosystem technology. Lutsk National Technical University. Lutsk, 2025.

The master's qualification work consists of an introduction, four sections, conclusions, a list of sources used, appendices.

The qualification work is devoted to the study of the dynamics of plastic deformation during micro- and nanoindentation. The relevance of the topic is due to the recently increased interest in the development of new methods of non-destructive testing and the study of the mechanical properties of materials at a new nanoscale level of characteristic dimensions of an object or a region of material being deformed. This problem can be solved by developing methods of dynamic indentation (with high spatial and temporal resolution at the same time) and studying the kinetics of imprint formation under different loading conditions, in particular, varying changes in the amplitude, shape and characteristic times of the load pulse. The dynamics of imprint formation was studied with high spatial and temporal resolution. The multi-stage nature of imprint formation was revealed under different methods of indenter loading (jump-shaped, trapezoidal, step-increasing).

Key words: indenter, nanoindentation, nano hardness, cluster, amorphous alloy, plastic deformation.

ЗМІСТ

	стор.
ВСТУП	8
РОЗДІЛ 1 АНАЛІЗ ВИХІДНИХ ДАНИХ ТА ШЛЯХИ ВИРІШЕННЯ ПОСТАВЛЕНОГО ЗАВДАННЯ	12
1.1 Аналіз задачі, яка буде вирішуватись в рамках дослідження динаміки пластичної деформації при мікро- та наноідентеруванні	12
1.2 Огляд інформаційних джерел за темою дослідження	13
1.3 Пошук шляхів реалізації поставленого завдання	22
1.4 Постановка завдань по випускній кваліфікаційній роботі магістра	23
Висновки по розділу	24
РОЗДІЛ 2 ТЕОРЕТИЧНА ЧАСТИНА	26
2.1 Способи дослідження мікро- та наноконтактної взаємодії	26
2.2 Методи мікро- та нановипробувань	32
2.3 Методика вимірювання часових залежних характеристик матеріалів	40
Висновки по розділу	44
РОЗДІЛ 3 ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНО-РОЗРАХУНКОВА ЧАСТИНА	45
3.1 Експериментальна установка для вимірювання часових залежностей характеристик матеріалів та її калібрування	45
3.2 Дослідження часо залежних механічних властивостей при мікро- і наноконтактній взаємодії методом індентерування однократним прямокутним імпульсом	55
3.3 Вплив швидкості прикладення досліджуваного навантаження на динаміку процесу наступної повзучості	68
Висновки по розділу	77
РОЗДІЛ 4 СПЕЦІАЛЬНА ЧАСТИНА	79

4.1 Динаміка формування відбитка та мікромеханізми пластичності при індентуванні ПММА та вплив швидкості навантаження на величину динамічної твердості	79
4.2 Дослідження механічних властивостей із використанням методики, основаної на аналізі відгуку матеріалу на ступінчасто-зростаючий імпульс сили	86
Висновки по розділу	96
ЗАГАЛЬНІ ВИСНОВКИ ТА РЕКОМЕНДАЦІЇ	98
ПЕРЕЛІК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ	102
ДОДАТКИ	105

ВСТУП

Актуальність теми. Актуальність теми обумовлена збільшеним останнім часом інтересом до розробки нових методів неруйнівного контролю та дослідження механічних властивостей матеріалів на новому наномасштабному рівні характерних розмірів об'єкта або області матеріалу, що деформується. Особливий інтерес викликають закономірності та механізми короткочасної пластичної деформації, що протікає в мікро- або нанооб'ємах твердих тіл і тонких поверхневих шарах, механічні властивості яких можуть істотно відрізнятися від аналогічних властивостей у макрообсязі.

Проблема дослідження. Запропонована в 70-ті роки ХХ століття методика програмованого квазістатичного вдавлювання індентора з безперервною реєстрацією глибини впровадження та сили опору [1] значно підвищила дозвіл та інформативність традиційних методів індентування, що дозволило згодом перейти до вимірів, які проводилися на вимірюваннях, проведених на 1 нм.

В даний час наноіндентування (depth-sensing testing) в режимі квазістатичного навантаження дозволяє визначати широкий спектр механічних властивостей твердих тіл, в тому числі і час-залежних [2] (мікро- і нанотвердість, модуль Юнга та ін).

Однак відсутність спеціальних методик і низька тимчасова роздільна здатність існуючої апаратури не дозволяє досліджувати швидкоплинні процеси пластичної деформації під індентором з адекватним тимчасовим дозволом. Це обмежує інформацію про динаміку пластичної деформації, що не дає можливості зрозуміти природу фізичних процесів, що відбуваються під час індентування.

Тому дуже важливим і актуальним є розробка методів динамічного індентування (з високим просторовим і тимчасовим дозволом одночасно) та дослідження кінетики формування відбитка в різних умовах навантаження,

зокрема змін, що варіюються, амплітуди, форми та характерних часів імпульсу навантаження.

Мета кваліфікаційної роботи – дослідження динаміки деформування, виявлення мікромеханізмів масопереносу та їх ролі у пластичній деформації матеріалів з різною структурою при мікро- та наноіндентуванні в умовах, наближених до реальних наноконтактних процесів.

Об'єкт дослідження – методи динамічного індентування з високою просторовою і тимчасовою роздільною здатністю одночасно.

Предмет дослідження – фізичні явища і процеси, що визначають динаміки деформування, виявлення мікромеханізмів масопереносу та їх ролі в пластичній деформації матеріалів з різною структурою при мікро- і наноіндентуванні в умовах, приближених до реальних наноконтактних процесів.

Методи дослідження – вимірювання вимірювання твердості за Бринелем та Вікерсом, наноіндентометрія та атомно-силова мікроскопія (АСМ), метод молекулярної динаміки (МД), метод кінетичної мікротвердості, динамічний метод визначення твердості та зондова скануюча мікроскопія (СЗМ). Для динамічних вимірювань твердості використали модернізований прилад. Прилади для вимірювання твердості MTS, Hysitron, Micro Materials, CSEM.

Задачі дослідження:

- 1) виконати аналіз літературних джерел щодо дослідження динаміки пластичної деформації при мікро- та наноіндентуванні;
- 2) розглянути способи дослідження мікро- та наноконтактної взаємодії та методи мікро- та нановипробувань;
- 3) розробити методику вимірювання часових залежних характеристик матеріалів;
- 4) модернізувати експериментальну установку для вимірювання часових залежностей характеристик матеріалів та її виконати калібрування;
- 5) виконати дослідження часо залежних механічних властивостей при

мікро- і наноконтактній взаємодії методом індентування однократним прямокутним імпульсом;

6) виявити вплив швидкості прикладення досліджуваного навантаження на динаміку процесу наступної повзучості;

7) дослідити динаміку формування відбитка та мікромеханізми пластичності при індентуванні ПММА та вплив швидкості навантаження на величину динамічної твердості;

8) дослідити механічні властивості із використанням методики, основаної на аналізі відгуку матеріалу на ступінчасто-зростаючий імпульс сили.

Теоретична значущість:

1) отримано дані та встановлено закономірності деформування різних матеріалів при різних видах локального навантаження (стрибкоподібне, трапецеїдальне, ступінчасто-наростаюче навантаження) в максимально контрольованих умовах з високою просторовою і часовою роздільною здатністю;

2) запропоновано ряд методик та описано вимірювальну апаратуру для дослідження кінетики та мікромеханізмів швидкопротікаючої локальної деформації в умовах, близьких до реальних наноконтактних взаємодій: зіткнення твердих тіл між собою, з рухомою та нерухомою поверхнею, при абразивному зносі, сухому терті, високощільному механічному записі інформації на носій.

Практична цінність та галузь застосування:

1) виявлені закономірності часової та масштабної залежності динаміки та механізмів локальної пластичної деформації в різних матеріалах з різною структурою можуть скласти фізичну основу нових технологій, їх обробки та більш різноманітного практичного застосування, зокрема у сфері розробки та виробництва носіїв інформації з механічним принципом запису (у тому числі і заснованому на нанесенні нановідбитків на матриці).

Наукова новизна роботи:

1) з високою просторовою та часовою роздільною здатністю досліджено динаміку формування відбитка. Виявлено багатостадійність формування відбитка при різних способах навантаження індентора (стрибкоподібне, трапецеїдальне, ступінчасто-наростаюче);

2) виявлені стадії відрізняються характерними часами, кінетичними та активаційними параметрами. Встановлено роль і частка точкових дефектів та дислокацій у процесі формування відбитка;

3) виявлено кореляцію величини активаційного об'єму з концентрацією кобальту при індентуванні залізо-кобальтових АМС $\text{Co}_x\text{Fe}_{85-x}\text{B}_{15}$;

4) для всіх матеріалів визначені коефіцієнти швидкісної чутливості мікро-і нанотвердості в широкому діапазоні величин швидкості відносної деформації від 10^{-1} до 10^2 c^{-1} .

Апробація результатів кваліфікаційної роботи магістра:

Дикса В. В., Лапченко Ю. С. Експериментальна установка для вимірювання часових залежностей характеристик матеріалів та її калібрування. Актуальні проблеми автоматизації та управління: матер. XIII-ої Міжнар. наук.-практ. інтернет-конф. (м. Луцьк, 28 лист. 2025 р.). Вип. 13. Луцьк, 2025. С. 177-183.

РОЗДІЛ 1

АНАЛІЗ ВИХІДНИХ ДАНИХ ТА ШЛЯХИ ВИРІШЕННЯ ПОСТАВЛЕНОГО ЗАВДАННЯ

1.1 Аналіз задачі, яка буде вирішуватись в рамках дослідження динаміки пластичної деформації при мікро- та наноідентруванні

Дослідження процесу формування відбитка з високим просторовим та тимчасовим дозволом, особливо на початковій стадії впровадження, можуть дати якісно нове розуміння механізмів деформування при дії короткочасної високої локальної напруги. Крім того, знання реальної динаміки впровадження індентора дозволить отримати і якісно нову інформацію про роль масштабного та швидкісного факторів при деформуванні суб'ємнооб'ємів різних матеріалів [3].

Інтерес до дослідження поведінки матеріалу в умовах дії короткочасних високих локальних напруг (у нанометровому діапазоні розмірів області деформування) обумовлений також і тим, що подібні умови зустрічаються і у великому числі практично важливих завдань наноконтактної взаємодії, наприклад, при атомно-силовій зондовій мікроскопії поверхні, при запису і зчитуванні інформації з допомогою на та ін. Крім того, такого роду дослідження надають можливість в максимально контрольованих умовах змодельовати і отримати якісно нову інформацію про процеси пластичної деформації, що протікають у більш складних завданнях наноконтактної взаємодії, наприклад при мікроабразивному зносі, сухому терті, подрібненні, дробленні, дряпанні, помелі, механічному сплавленні твердих та механохімічного шліфування та полірування та ін.

Дослідження кінетики формування мікровідбитків у кераміках, полімерах, іонних кристалах становить самостійний інтерес, оскільки дозволяє отримати якісно нову інформацію про ці матеріали, що знаходять все більше практичне застосування, особливо в галузі мікро-і нанотехнологій, коли механічні характеристики визначаються властивостями

в нанообсязі.

Виходячи з цього, можна зробити висновок, що проблема дослідження динаміки деформування, механічних властивостей і механізмів масопереносу матеріалу в зоні контакту в умовах дії короткочасного локального навантаження в нанометровій шкалі розмірів ще далека від повної роздільної здатності і є дуже актуальною.

1.2 Огляд інформаційних джерел за темою дослідження

Фізичні процеси в мікро- та наноконтакті формують механічні властивості матеріалу при контактній взаємодії у процесах сухого тертя, зносу та ін. Однією з найпростіших (з точки зору техніки визначення її величини) та інформативних характеристик є твердість та мікротвердість матеріалу. При цьому формування числа твердості залежить від багатьох обставин. Його неможливо однозначно пов'язати з яким-небудь одним фізичним процесом за участю надійно встановлених елементарних фізичних об'єктів (точкові дефекти, дислокації і т.д.) і мікромеханізмів їх взаємодії або співвіднести з певними фундаментальними властивостями твердого тіла [4]. В першу чергу це обумовлено специфікацією локалізована (в області порядку розміру відбитка), напруги в максимумі можуть у сотні разів перевищувати межу плинності матеріалу навіть при квазістатичному інденуванні, структура та міжатомні відстані сильно спотворені. До цих пір однозначно не встановлено, які атомні механізми масопереносу визначають розміри відбитка (а, отже, і величину твердості), яка структура матеріалу під індентором, які мікромеханізми зміцнення, що контролюють опір відновленню навантаження наповнювача навантаження або після природи часткового або часткового. Як це пов'язані з іншими фундаментальними характеристиками матеріалу? Багато в чому невизначеність у цих питаннях обумовлена тим, що переважна більшість досліджень у галузі інденування орієнтовані на суто механічні аспекти проблеми і, як наслідок цього,

індентування залишається річчю в собі, з неясними і часом суперечливими фізичними підставами розгляду експериментальних результатів, що отримуються. Іншими словами, «твердість вимірюють усі, але майже ніхто не замислюється про її природу» [5].

Початковим етапом будь-якого мікроконтактного процесу є формування власне плям контакту між двома взаємодіючими тілами. У квазістатичних умовах сила, що вдавлює індентор у матеріал, зростає нескінченно повільно і діє настільки довго, що вже не викликає подальшого занурення індентора. Така рівновага в твердих тілах настає завдяки досягненню критичної напруги зсуву, при якому підвищена концентрація дислокацій і двійників, накопичення їх за межами зерен і блоків при одночасному збільшенні розмірів відбитка (а значить і падіння середніх напруг), веде до поступового припинення пластичної деформації. При вдавлюванні індентора в кристалічні матеріали щільність дислокацій в обсязі під ним знижується від центру відбитка до периферії зразка, в результаті чого утворюються дислокаційні промені у певних кристалографічних напрямках [6]. При цьому швидкість застосування навантаження повинна бути досить малою, і по можливості однаковою для всіх використовуваних навантажень, а витримка під навантаженням досить тривалою з тим, щоб індентор прийшов у стан спокою, а величина твердості, асимптотично наближаючись до деякого постійного значення, відрізнялася б від нього не більше ніж на похибку. Для того щоб умови наноіндентування могли вважатися квазістаціонарними, час зміни навантаження, що прикладається, від нуля до максимального значення повинен бути не менше 10-15 с, а час витримки під навантаженням досягати 30-60 с для пластичних металів і 5-15 с для більш жорстких матеріалів [7].

Якщо в питанні інтерпретації результатів вимірювань при наноіндентуванні постійно пропонуються і нові альтернативні підходи [8-10], і методи корекції традиційних методик [11-12], фізичні підстави та розуміння мікромеханізмів формування плям контакту залишаються

задовільними. Нині практично лише суто дислокаційні механізми формування відбитка проаналізовані докладно у літературі [11]. Початок пластичної течії асоціюється з утворенням і подальшим поширенням обсягу зразка крайових дислокацій, дислокаційних петель і двійників [13], причому не тільки в металах, але навіть у кераміках [14]. Тим часом, як показано в [15], найбільш конкурентоспроможними по відношенню до дислокаційних механізмів при високих тисках та великих локальних напругах можуть бути деформації за рахунок руху точкових дефектів та їх кластерів атомарних розмірів. Складність у цьому, що у час немає надійних методів *in situ* спостереження руху точкових дефектів. Навіть атомно-силового мікроскопія в режимі сканування не здатна поки що розрізнити, чи утворюються точкові дефекти при формуванні плями контакту [16]. В [17] була спроба оцінити внесок дислокаційної пластичності в повну енергію пластичної деформації W_p при ідентифікації керамік ZrO_2 . Результати розрахунків показали, що навіть при щільності дислокацій 10^{16} м^{-2} внесок дислокаційної пластичності W_p не перевищує 10%. По [12] для пластичності в нанометровому діапазоні глибин найімовірніші саме недислокаційні механізми. Моделювання методом молекулярної динаміки [12] показує, що вирішальну роль у цьому може відігравати утворення та рух точкових дефектів. Непрямо на користь цього свідчить той факт, що зміна твердості з глибиною відбувається в два етапи – швидкий спад при малих глибинах відбитка (у кілька разів при зануренні на 10-15% від максимальної глибини відбитка h за даними [13]) і повільне наближення до стаціонарного значення твердості, з подальшим. швидкої стадії домінуючу роль формуванні пластичності грають точкові дефекти, але в повільній стадії – генерація і рух дислокацій. За деякими оцінками, роль точкових дефектів є первинною, що визначає енергетику процесу мікродавлювання взагалі [16], або, принаймні, його початкової стадії [17]. У свою чергу, утворення точкових дефектів у плямі контакту має помітно впливати на сили тертя у реальних наноконтактних процесах [15].

Серед ряду можливих механізмів пластичної деформації матеріалу при формуванні відбитка та зони деформації ущільнюються: міжвузельний, краудіонний та дислокаційний механізми масопереносу; фазові переходи, тріщиноутворення та ін.

Сутність дислокаційного механізму, досить повно описаного в роботах [13], полягає в тому, що під дією високих локальних напруг з боку індентора, що впроваджується, в певних системах площин ковзання відбувається зародження і переміщення дислокацій. Внаслідок цього формується відбиток, охоплений навалом матеріалу та zdeформованою областю. Ця модель знаходить експериментальне підтвердження у дослідженнях морфології та структури деформованої зони навколо відбитка у пластичних матеріалах. Так, при вдавлюванні індентора в грань (001) кристалів типу NaCl, утворення відбитка відбувається шляхом зміщення матеріалу вниз і вдавлювання його вгору завдяки ковзанню по площинах (110) [13]. Внаслідок такої деформації виникає система смуг ковзання (див., наприклад, [13]). Інтерферометричні дослідження показують, що в місцях виходу на поверхню смуг ковзання спостерігаються навали матеріалу, що вказують на роботу площин ковзання типу (110), по яких і відбувається винесення матеріалу вгору. Експерименти, проведені на кристалах типу NaCl [13], підтверджують, що у напрямках $\langle 110 \rangle$ від відбитка, має місце перетин смуг ковзання двох систем типу (110), тобто. процес винесення матеріалу вгору в цих областях більш інтенсивний, ніж на інших ділянках деформованої зони. Тому вздовж напрямків повинні формуватися найбільш розвинені навали видавленого матеріалу.

Наявність навалів, своєю чергою, пояснює залежність форми відбитків від орієнтації піраміди Віккерса на межі (001), яка проявляється подібним чином як м'яких кристалах (наприклад, NaCl), і на твердих (наприклад, MgO).

Найбільш важливим елементом дислокаційної моделі при цьому можна вважати обґрунтування розповсюдження ковзання під індентором вглиб кристала по «розбіжним» і витікання матеріалу вгору по «площах, що

сходяться», ковзання типу (110) (див., наприклад, [13]). За даними роботи [13] обсяг навалів матеріалу біля відбитка деяких типів кристалів приблизно дорівнює обсягу відбитка, тобто занурення індентора в тих кристалах супроводжується витісненням матеріалу у вільний простір.

Крім того, для іонних кристалів на підставі дислокаційної моделі та вивчення кореляцій мікротвердості з рухливістю дислокацій у полі зосередженого навантаження, авторами робіт [13] висловлено гіпотезу про плавний та імпульсний механізм утворення відбитка та дислокаційної структури біля нього.

Сутність плавного механізму полягає в тому, що збільшення розмірів друку супроводжується синхронним зростанням дислокаційної розетки. Такий механізм, на думку авторів, реалізується в кристалах типу NaCl за кімнатної температури (бо для них експериментально встановлено [1], що $l \sim d$; де l – довжина променів дислокаційної розетки, d – розмір діагоналі відбитка). При «імпульсному» механізмі порушується синхронність зростання відбитка та дислокаційних структур навколо нього. Прикладом є лужно-галоїдні кристали, що деформуються індентором при 77К, а також кристали MgO – при кімнатній температурі. Автори припускають, що вдавлення індентора в іонні кристали типу NaCl при $T=77\text{K}$ має бути утруднене порівняно з цим процесом при $T=300\text{K}$. Біля індентора утворюються дислокаційні скупчення, внаслідок нижчої рухливості дислокацій при $T=77\text{K}$, що перешкоджають просуванню новоутворених дислокацій, розетка може не розвиватися, виникає сітка з дислокацій тощо. Відбиток у своїй виникне набагато меншого розміру, ніж за $T=300\text{K}$, де рухливість дислокацій помітно більше. Однак опір руху дислокацій при $T=77\text{K}$ не настільки сильний, щоб взагалі загальмувати рух скупчення дислокацій і в певний момент часу відбувається релаксація напруги, що супроводжується розвитком (проривом) дислокаційних променів, суцільна маса дислокацій як би «вистрілює» дислокаційними. При цьому процес може не супроводжуватися помітним зростанням відбитка (тобто виходить велика

мікротвердість), хоча в результаті «вистрілювання» можуть вийти довші промені дислокаційних розеток (велика рухливість дислокацій), ніж при $T=300\text{K}$.

Слід зазначити, що дислокаційна модель має досить загальний характер і відбиває картину механізму пластичної деформації кристалів зі структурою типу NaCl у досить широкому інтервалі температур ($T=77\text{-}800\text{K}$) (див., наприклад, [2]).

У краудіонній моделі (див., наприклад, роботи [3]), утворення відбитка індентора лише частково зумовлюється дислокаційною пластичністю, а визначальну роль відіграє міжвузельна пластичність (спрямований рух міжвузольних іонів і комплексів точкових дефектів). На підтвердження цього можна навести результат, відображений у роботах [4], що свідчить про те, що обсяг витісненого матеріалу може становити порівняно невелику частку від обсягу відбитка, а це перебуває у протиріччі з дислокаційною моделлю. Більше того, індентування при низьких температурах іонних і ще більшою мірою ковалентних кристалів та інших малопластичних матеріалів не супроводжується розвитком дислокаційних розеток та утворенням навалу [5]. Крім того, наводяться результати дослідження декорованих кристалів NaCl [6], де виявлено округлі скупчення декоруючих частинок за напрямками $\langle 110 \rangle$ від відбитка, які автори пов'язують із виносом точкових дефектів у цих напрямках. У кристалах MgO [8] біля відбитка індентора спостерігалася розетка катодолюмінесценції (КЛ), причому найбільш яскраве свічення мало місце за напрямками $\langle 110 \rangle$. Вивчення КЛ показало [9], що внесок до неї вносять домішки та інші точкові дефекти, що декорують дислокації. У цьому КЛ гвинтових дислокаційних рядів набагато сильніше, ніж крайових [10]. У той же час, спектри КЛ, що виникають при деформуванні області біля відбитка і при стисканні кристалів MgO, виявилися подібними [12]. У зв'язку з цим робиться висновок про те, що КЛ в області розетки уколу та у смугах ковзання повинна мати однакову природу.

Автори [11] вважають, що вивчення КЛ залежно від глибини, часу

витримки та часу відпалу деформованих кристалів дозволяє відновити послідовність подій під час занурення індентора. Вони вважають, що в першу чергу відбувається утворення та переміщення точкових дефектів (вакансій та міжузельних атомів), і тільки услід за цим утворюються та переміщуються дислокації. Тобто механізм процесу мікровдавлювання завжди включає процес механічної імплантації матеріалу за рахунок утворення впроваджених атомів та їх комплексів. На думку авторів [13] саме цей процес у ряді випадків може бути первинним. Утворення та переміщення дислокацій тоді треба розглядати як вторинний процес.

У серії робіт з наноіндентування твердих матеріалів (ковалентних кристалів, керамік, стекло та ін.) [13] отримані дані про величину пружної частки обсягу відбитка, фазові переходи, індуковані високим контактним тиском, та ін. важливі дані про природу процесів під процесом. З цих результатів випливає, що при розмірах відбитка $< 1 \mu\text{m}$ у багатьох матеріалах після розвантаження відбувається часткове або повне відновлення форми поверхні, яку здійснювалося заколювання.

Іншими словами, незважаючи на гранично високу напругу в контакті (близькі до теоретичної міцності), деформування носить пружно-пластичний характер. Ці дані збігаються з електронно-мікроскопічними спостереженнями, які у разі 100% відновлення форми не виявляють жодних слідів навантаження навіть у вигляді окремих дислокаційних петель. Очевидно, що на початкових стадіях занурення ця ситуація W буде мати місце і при великих навантаженнях, особливо якщо вони прикладаються швидко, а не протягом сотень секунд.

Дослідження з визначення мікро- і нанотвердості показують, що при індентуванні контактні тиски у відбитку досить великі для того, щоб індукувати структурні поліморфні перетворення в деяких матеріалах. Більше 30 років тому в досліджах з високим тиском, створюваним за допомогою алмазних ковадлів Бріджмена, були виявлені поліморфні перетворення в кремнії [14]. Вперше при індентуванні Ю. Мільман та інші спостерігали

фазовий перехід (ФП) від алмазоподібної структури Si до металевої, під дією великих навантажень [15]. У [16] вперше було показано, що контактний тиск у відбитку на початковому етапі занурення індентора T навіть при малих навантаженнях можуть викликати ФП в кремнії. Пізніше, що спостерігалися при наноіндентуванні кремнію як сферичним індентором [16], так і індентором Берковича [17] стрибки на розвантажувальній гілці $P-h$ діаграми були ідентифіковані як ФП в новий поліморфний стан, що супроводжується стрибкоподібним збільшенням обсягу. На можливість аморфізації чи наноструктуризації матеріалу під індетором вказують й інші результати [15]. У [14] встановлена емпірична залежність контактного тиску, при якому відбувається ФП, від величини навантаження, що додається.

Зазвичай при вивченні ФП методом наноіндентування використовується методика багаторазового навантаження одного і того ж відбитка однаковою [1] або збільшується від циклу до циклу навантаженням [2, 3]. Підставою для цього є те, що процес розвантаження відбитка не завжди має суто пружний характер. У цьому випадку при повторному навантаженні криві навантаження та розвантаження не збігаються. Площа петлі гістерезису, що утворюється, відповідає розсіяній енергії незворотних процесів, що протікають у матеріалі за час циклу розвантаження - повторне навантаження. Однією з причин такого гістерези може бути фазовий перехід [2-4], що підтверджується МД моделюванням цього процесу [5]. Іншим джерелом гістерезису може бути в'язкопружна або в'язкопластична поведінка матеріалу. Така поведінка особливо притаманна полімерів. Розрізнити ці два механізми допомагає та обставина, що для в'язко-пружних механізмів характерно зменшення площі петлі гістерези зі зростанням швидкості навантаження [3].

Кремній не єдиний матеріал, в якому ФП досліджується за характерними рисами поведінки кривих навантаження та розвантаження на $P-h$ діаграмах або гістерезисним петлям при багаторазовому навантаженні. фазові переходи, що індукуються тиском, виявлені в алмазі [5], германії [7],

частково стабілізованому діоксиді цирконію Mg-PSZ [7], сплаві з пам'яттю форми Ti-Ni [8] та інших матеріалах. Не завжди, однак, наноіндентування може зареєструвати ФП. Наприклад, у GaAs мають місце ФП, що реєструються за спектрами Раманівського розсіювання, але індукуючі ФП тиску не досягаються під індентором, або реєструючої апаратури не вистачає здатності для цього [2].

При індентуванні з великим навантаженням, а також при багаторазовому навантаженні та розвантаженні відбитка створюються умови для виникнення та розвитку втомних явищ. Довгий час лабораторні випробування матеріалів на втому проводилися головним чином на макроскопічних об'ємних зразках за традиційною методикою одновісного або багатовісного циклічного розтягування-стиснення або вигину [2, 3]. Разом з тим, вже давно встановлено виняткову роль поверхні у зародженні та розвитку втомних тріщин (за деякими оцінками до 75% втомних руйнувань зароджується на поверхні матеріалу конструкції). Більше того, розвиток сучасних уявлень у трибології потребує переходу до нового масштабу розмірів та в поверхневій втомі, як одного з етапів зношування, коли короточасному циклічному навантаженню піддається пляма контакту розміром від одиниць нанометрів до десятків мікрометрів. Макроскопічні втомні випробування мало придатні для прогнозування працездатності, наприклад, зносостійких покриттів у реальній експлуатації, оскільки зі зменшенням розмірів області, що навантажується, на багато порядків величини на r_j починає діяти безліч нових факторів, що впливають на властивості матеріалу [2, 4]. Залучення методів АСМ до дослідження поверхневої втоми [5] зробило реальним вивчення атомарних механізмів втомних явищ. Тим не менш, головним чином внаслідок розмірного ефекту, закономірності втомного руйнування важливо досліджувати в області розмірів плям контакту (~ 10 нм – 10 мкм) і характерних часів (~ 10 мкс – 10 мс), властивих реальним мікроконтактним процесам. Як правило, і розміри плям контакту та характерні часи при індентуванні набагато більші.

Наприклад, у [7] досліджувалась втома чотирьох типів цирконієвих керамік з різними механізмами трансформаційного зміцнення. Кожен матеріал показав різну поведінку при багаторазовому індентуванні. Зокрема, індуковані тиском під індентором ФП сприяють лікуванню втомних ушкоджень, і цей ефект залежить від ступеня трансформації структури та наявності мікротріщин. Проте умови експерименту ($P_{\max}=9,8-196$ Н, час контакту $\tau=10-150$ с) далекі від реальних наноконтактних явищ. В реальних умовах ковзного контакту втома довговічність може змінюватися в десятки разів при зміні швидкості ковзання в кілька разів [7]. Загалом можна констатувати, що наноіндентування до теперішнього часу не знаходить належного застосування в дослідженні поверхневої втоми, особливо в умовах малих навантажень і швидкоплинних контактів.

1.3 Пошук шляхів реалізації поставленого завдання

Аналіз наявних літературних даних і теоретичних уявлень про фізичні процеси показав що, що відбуваються в плямах контакту при контактній взаємодії двох шорстких поверхонь (або окремих частинок з поверхнею), свідчить про те, що ці процеси в мікро- та нанометровому масштабі розмірів контактних плям до с. Існує багато суперечливих та неоднозначних результатів, в основному через те, що весь спектр фізичних умов у наноконтактах дуже складно відтворити в лабораторних умовах за допомогою єдиного універсального методу.

Існуюча техніка мікро- та наноіндентування, володіючи багатими інформаційними можливостями, залишається досі, в основному, квазістатичним методом, випробування, швидкодія якого на кілька порядків величини менша від часу життя реальних наноконтактів. Динамічне (ударне) навантаження забезпечує потрібну швидкодію, але не вкладається в необхідний масштаб розмірів плями нано- і навіть мікроконтакту.

Всі ці обставини призводять до того, що кінетика та механізми

швидкоплинних процесів локалізованої в субмікрооб'ємах деформації дуже мало досліджені. За межами інтересів дослідників залишаються питання впливу швидкості деформування на такі найважливіші механічні характеристики матеріалів, як твердість та модуль пружності. Тим часом не статичні, а саме динамічні властивості цих параметрів визначають поведінку матеріалів у реальних контактних процесах.

Через локалізації швидкопротікаючої деформації в субмікронних об'ємах, у плямах контакту навіть при дуже малих навантаженнях виникають високі контактні напруги, що індукують структурні зміни, генерацію та зростання структурних дефектів різного рівня, що веде до руйнування, або, навпаки, до зміцнення контактної поверхні.

1.4 Постановка завдань по випускній кваліфікаційній роботі магістра

Метою роботи є дослідження динаміки деформування, виявлення мікромеханізмів масопереносу та їх ролі у пластичній деформації матеріалів з різною структурою при мікро- та наноіндентуванні в умовах, наближених до реальних наноконтактних процесів.

Задля реалізації поставленої мети необхідно провести:

- 1) виконати аналіз літературних джерел щодо дослідження динаміки пластичної деформації при мікро- та наноіндентуванні;
- 2) розглянути способи дослідження мікро- та наноконтактної взаємодії та методи мікро- та нановипробувань;
- 3) розробити методику вимірювання часових залежних характеристик матеріалів;
- 4) модернізувати експериментальну установку для вимірювання часових залежностей характеристик матеріалів та її виконати калібрування;
- 5) виконати дослідження часо залежних механічних властивостей при мікро- і наноконтактній взаємодії методом індентування однократним

прямокутним імпульсом;

6) виявити вплив швидкості прикладення досліджуваного навантаження на динаміку процесу наступної повзучості;

7) дослідити динаміку формування відбитка та мікромеханізми пластичності при індентуванні ПММА та вплив швидкості навантаження на величину динамічної твердості;

8) дослідити механічні властивості із використанням методики, основаної на аналізі відгуку матеріалу на ступінчасто-зростаючий імпульс сили.

Висновки по розділу

Аналіз наявних літературних даних і теоретичних уявлень про фізичні процеси показав що, відбуваються в плямах контакту при контактному взаємодії двох шорстких поверхонь (або окремих частинок з поверхнею), свідчить про те, що ці процеси в мікро-і нанометровому масштабі розмірів контактних плям до цих пір досліджені недостатньо. Існує багато суперечливих і неоднозначних результатів, в основному через те, що весь спектр фізичних умов в наноконтактах дуже складно відтворити в лабораторних умовах за допомогою єдиного універсального методу:

1) існуюча техніка мікро- та наноіндентування, володіючи багатими інформаційними можливостями, залишається досі, в основному, квазістатичним методом випробування, швидкодія якого на кілька порядків величини менша від часу життя реальних наноконтактів. Динамічне (ударне) навантаження забезпечує потрібну швидкодію, але не вкладається в необхідний масштаб розмірів плями нано-і, навіть, мікроконтакту;

2) кінетика і механізми швидкоплинних процесів локалізованої в субмікрооб'ємі деформації дуже мало досліджені. За межами інтересів дослідників залишаються питання впливу швидкості деформування на такі найважливіші механічні характеристики матеріалів, як твердість та модуль

пружності. Тим часом не статичні, а саме динамічні властивості цих параметрів визначають поведінку матеріалів у реальних контактних процесах. Через локалізації швидкопротікаючої деформації в субмікронних об'ємах, у плямах контакту навіть при дуже малих навантаженнях виникають високі контактні напруги, що індукують структурні зміни, генерацію та зростання структурних дефектів різного рівня, що веде до руйнування, або, навпаки, до зміцнення контактної поверхні.

РОЗДІЛ 2

ТЕОРЕТИЧНА ЧАСТИНА

2.1 Способи дослідження мікро- та наноконтактної взаємодії

У 1900 році І. А. Брінель запропонував технічне вирішення проблеми простого неруйнівного контролю механічних властивостей твердих тіл – вдавлення твердої кульки фіксованим навантаженням з подальшим виміром діаметра відбитка. За твердість за Брінеллем приймають відношення навантаження до площі поверхні відбитка, хоча сам Брінель вважав, що теоретично правильніше приймати за міру твердості відношення навантаження до площі проекції відбитка [5]. В 1909 Е. Мейєр [8] показав, що останнє відношення дорівнює середньому контактному тиску по площі відбитка, а відносити навантаження до площі поверхні відбитка фізично не обґрунтовано. Тому зазвичай розрізняють твердість за Брінеллем або Віккерсом і твердість за Меєром. Останню традиційно розраховують за формулою 2.1:

$$H = \alpha P / A_c, \quad (2.1)$$

де α – коефіцієнт, що враховує геометрію індентора;

P – величина навантаження;

A_c – площа контакту, що дорівнює площі проекції зони деформування, яка визначається оптичним методом для пластичного (залишкового) відбитка.

За минулі 100 років було розроблено велику кількість методів визначення твердості, що є, по суті, похідними від методу Брінелля і визначається методом навантаження, формою індентора, величиною навантаження K на даний час відомі способи визначення за Брінелем, Роквелом, Віккерсом, Шором, Гербертом, Людвігом, Мартенсом, Дроздовим, Кубасовим та інших [5, 9, 10]. Значення числа твердості, що визначаються при цьому, носять по суті емпіричний характер, являючи собою результат

різних операцій з матеріалом, проведених різними типами інденторів, у різних умовах навантаження, за різної величини та часу застосування навантаження. Це ускладнює знаходження загальних фізичних підстав для інтерпретації твердості, що визначається різними способами та має різні значення у термінах фундаментальних мікромеханізмів.

В даний час нанотестери дозволяють проводити комплексні дослідження приповерхневих властивостей масивних твердих тіл, нанооб'єктів та нанообластей, тонких плівок і т.п., маючи в розпорядженні мінімум матеріалу. Аналіз діаграм «навантаження – переміщення» при наноіндентуванні дає можливість:

1. Визначати опір суто пружному локальному деформуванню в наноконтакті та здійснювати верифікацію наявних теорій мікро- та наноконтактної взаємодії;
2. Визначати критичні навантаження переходу з суто пружної в пружнопластичну область при локальному деформуванні;
3. Визначати кількість твердості або середній контактний тиск у відбитку при пружнопластичному контакті;
4. Вимірювати поглинену в контактній взаємодії енергію;
5. Визначати пружно пластичні характеристики матеріалів, що не піддаються пластичному деформуванню в макродослідах внаслідок випереджального квазіхрупкого руйнування (кераміки, мінеральні та металеві скла, карбіди, нітриди, бориди металів тощо);
6. Визначати характеристики рухливості ізольованих дислокацій та їх скупчень у кристалічних матеріалах;
7. Визначати коефіцієнт в'язкості руйнування K_{ic} та енергію руйнування по стрибках P-h діаграмах;
8. Моделювати процеси втоми та зносу в приповерхневих шарах шляхом багаторазового навантаження однієї й тієї ж області або нанесення нанодрапин;
9. Оцінювати пористість матеріалу;

10. Дослідити структурні поліморфні перетворення, що індуюються високим контактним тиском під індентором;
11. Дослідити структуру багатофазних матеріалів;
12. Визначати модулі пружності, швидкість звуку та анізотропію механічних властивостей;
13. Визначати товщину, ступінь адгезії, механічні та механо-хімічні властивості тонких шарів та покриттів;
14. Дослідити часо залежні характеристики матеріалу та коефіцієнти швидкісної чутливості механічних властивостей (як на стадії занурення, так і на стадії в'язкопружного відновлення відбитка після розвантаження);
15. Оцінювати величину та розподіл внутрішніх напруг;
16. Дослідити механізми нестійкості пластичної течії під індентором у металевих полікристалічних та аморфних сплавах.

Наведений перелік свідчить про широкі інформативні можливості наноіндентування. Метод дуже точно реагує на найтонші, часто невліпимі навіть мікроскопічно, зміни структури матеріалів. Тому зміна твердості при малих навантаженнях широко використовується, наприклад, для реєстрації зміни структури матеріалу під дією магнітних полів, оптичного випромінювання і радіаційного опромінення, умов навколишнього середовища і т. д. Виникають при індентуванні твердих тіл, особливо при граничних малих навантаженнях, різноманітні вторинні ефекти – акустична емісія, емісія електромагнітних хвиль, деформаційна та катодолюмінесценція, зони локальної пластичної деформації тощо. є не тільки опосередкованими методами визначення твердості матеріалу, але й додатковим і дуже чутливим джерелом інформації про фізичні процеси, що протікають під індентором у процесі його впровадження у матеріал.

Початковий розвиток методів індентування був пов'язаний з вивченням механічних властивостей матеріалів. Однак прогрес у розвитку техніки індентування, що виразився в реалізації методу наноіндентування, дозволив домогтися дозволу за величиною нормальної сили та деформації не

гірше 10 нН та 0,1 нм відповідно. Це дозволяє, наприклад, досліджувати механічні властивості трансферних плівок, що утворюються на межі контакту двох тіл у результаті механічного змішування продуктів зносу обох тіл. Спостерігаючи та контролюючи цей процес при зміні навантажувальних сил, можна дослідити механізми втоми. Доповнення навантаження V зразка постійною силою за нормаллю до його поверхні латеральним переміщенням дозволяє отримувати подряпини нанометрової глибини на його поверхні та визначати опір ультратонких поверхневих шарів матеріалу до зносу. При відносно високих навантаженнях (0,1-1 мН) тертя та зношування можуть ефективно вивчатися з використанням техніки контрольованого багаторазового ковзання вздовж заданого напрямку. При цьому спостерігалася зміна механізмів зношування – на початковій фазі ковзання основним механізмом було «проорювання», проте зі зростанням числа сканувань або нормального навантаження починав домінувати процес тріщиноутворення.

Оскільки методи АСМ дозволяють проводити одночасні вимірювання глибини відбитка та величини нормальної сили (як і нанотестери), на початку 90-х років з'явилася тенденція поєднання їх функцій в одному пристрої. Необхідно відзначити, що проблема калібрування сил, визначення форми кінчика індентора і початку відліку V глибини в індентуванні практично вирішена [2], тоді як для АСМ є дуже актуальною проблемою [3]. Через це кількісні вимірювання сили та глибини впровадження за допомогою АСМ у режимі контактної моди грішать великими похибками, що змушує деяких авторів засумніватися у їх відтворюваності. Тому в сучасних комбайнах типу «АСМ-нанотестер» кремнієва голка замінюється кубічним алмазним індентором і усунення такого зонда вимірюється безпосередньо диференціальним ємнісним датчиком. Експерименти з використанням таких пристроїв дозволили, зокрема, встановити, що напруга зсуву та твердість на нанорівні може в десятки разів перевищувати її величину на макрорівні, хоча є інформація про випадки зворотного розмірного ефекту у твердості. Як уже

зазначалося вище, час-залежні властивості матеріалів в умовах локальної деформації, що швидко протікає, досліджені недостатньо. Стандартний тест на нанотвердість проводиться в квазістаціонарних умовах навантаження за час, достатній для спрацьовування практично всіх релаксаційних механізмів матеріалу (цикл «навантаження-розвантаження» при наноіндентуванні зазвичай триває десятки або навіть сотні секунд). Додаючи до індентора додаткове навантаження малої амплітуди, що осцилює, можна безперервно відстежувати контактну жорсткість шляхом моніторингу амплітуд осциляції V^{\wedge} переміщень, викликаних відповідною силою, або шляхом детектування фазових зрушень між коливаннями сили і переміщення. Зазвичай, частота осциляції не перевищує 100 Гц, але і це дозволяє досліджувати час-залежні в'язкопружні характеристики контакту. Аналогічна методика реалізується в модуляційному режимі АСМ та АСМ у режимі наноіндентування [10]. Останнє дозволяє варіювати тривалість контакту індентора із зразком у межах 10^{-2} - 10^2 с [15]. Тим не менш, це тільки перше наближення до тимчасових параметрів реальних мікроконтактних процесів, особливо з урахуванням того, що типові швидкості сканування в АСМ становлять 10^{-5} - 10^{-2} см·с⁻¹, а латеральні швидкості при нанодрапанні не перевищують 50 мкм·с⁻¹. Оцінки ж свідчать у тому, що й мікроковзання відбувається за час $\sim 10^{-12}$ с, то в'язка сила стає зіставною з силою статичного тертя. Це означає, що динамічне тертя починає відігравати істотну роль у трибопроцесах за часів контакту $\sim 10^{-4}$ - 10^{-6} с, недосяжних відомими засобами АСМ та наноіндентування.

Прилади для вимірювання твердості, що випускаються в даний час закордонними компаніями (MTS, Hysitron, Micro Materials, CSEM і т. д.), мають паспортний дозвіл зі зміщення індентора 0,02-1 нм (а деякі і вище) при зусиллі вдавлювання від часток мкН до 500 мН і дозволом за навантаженням від 1 до 50 нН. Програмне забезпечення та прецизійне механізоване переміщення зразка у просторі дозволяє повністю автоматизувати процес збирання, зберігання та обробки інформації, складання карт приповерхневих

властивостей, як мінімум, по тисячі точок. Прилади дають можливість досліджувати твердість і нанотвердість матеріалу в одноразових і малоциклових випробуваннях, повзучість, коефіцієнт тертя, пружні модулі, опір дряпанню, втому і в'язкість руйнування, відшаровування. Це метрологічно атестовані прилади, що забезпечують високу точність та відтворюваність вимірювань у контрольованих умовах довкілля за квазістаціонарних умов навантаження. У результаті, як правило, цикл вимірів триває десятки секунд, а швидкість відліків не перевищує 10 за секунду. Для вимірювання час-залежних властивостей матеріалів компанія MTS доповнює базовий комплект модулем для безперервного вимірювання жорсткості контакту [15], принцип дії якого докладно описаний у [2]. Однак, у приладі використовується жорстко фіксована частота модуляції (у межах 30-100 Гц), що суттєво обмежує можливості експериментатора. Тому для проведення «швидких» вимірів доводиться або оснащувати стандартне обладнання нестандартними модулями, або самостійно виготовляти нанотестери. Наприклад, у [15] для підвищення швидкодії стандартний Nanoindenter II був оснащений лазерним інтерферометром і системою зчитування даних зі швидкістю $2 \cdot 10^5$ відліків в секунду. Аналогічний пристрій використовував у своєму нанотестері та Bhushan [16]. Таким чином, очевидна потреба у створенні апаратури, яка розширює можливості комерційних нанотестерів без помітного погіршення їх основних параметрів для будь-яких досліджень, що виходять за межі стандартної метрології. Об'єднання в одному пристрої АСМ та наноіндентора збільшило дозвіл по переміщенню та навантаженню, але не вирішило проблеми підвищення швидкодії при роботі в реальному часі.

Існують методи, що дозволяють з тим чи іншим ступенем достовірності моделювати поведінку матеріалу при контактній взаємодії. Один із найпоширеніших – метод молекулярної динаміки (МД). Він застосовується для аналізу еволюції атомної структури контактної зони, дослідження механізмів дисипації енергії, варіації нормальних та латеральних сил у

процесі ковзання тощо.

У типових модельних експериментах [13] зразок моделюється набором паралельних атомних площин (зазвичай 10-20) при загальній кількості атомів поверхні до 10^6 . При цьому загальна кількість атомів індентора становить зазвичай 10-100, а тимчасова роздільна здатність може бути доведена до 10^{-12} с. Загалом метод МД дає задовільний опис енергетики, структури та динаміки контактів. При моделюванні атомарного зносу спостерігалося утворення адгезійних лавин [16], пластичний перебіг атомів у міжвузелові положення, утворення дислокацій та точкових дефектів. Однак, є певний розрив між умовами МД та реальними наноконтактними процесами, оскільки при моделюванні вимушено використовуються надкороткі часові інтервали, нереально високі швидкості нанозондів та обмежена статистика частинок. Практична неможливість збільшення часу моделювання (або числа частинок) до реалістичних значень робить проблематичним прогнозування сил тертя та зносу на реальних умовах у наноконтактах.

2.2 Методи мікро- та нановипробувань

Неможливо дослідження всіх особливостей складного характеру формування відбитка єдиним універсальним методом. До недавнього часу чи не єдиним методом дослідження було дослідження контактної зони *in situ* оптичним методом [16] або *post factum* методами електронної мікроскопії [16]. Однак ці методи дають тільки інтегровану інформацію за часом, що робить проблематичним дослідження мікроскопічних механізмів масопереносу.

Власне метод кінетичної мікротвердості (наноіндентерування) полягає у прикладанні до матеріалу, що лінійно змінюється в часі навантаження P і одночасної реєстрації параметрів навантаження і переміщення індентора h у функції часу (рис. 2.1, а) або безпосереднього запису залежності $P(h)$ (рис. 2.1 б). В результаті виходить не тільки величина твердості (як у статичному

тесті), але записується весь процес деформування як при навантаженні, так і при розвантаженні. З залежності «навантаження-переміщення» (рис. 2.1, б) можна визначити глибину невідновленого h_{\max} і відновленого h_p відбитків, контактну глибину h_c , модуль пружності E і жорсткість контакту S (з нахилу лінійної частини розвантажувальної кривої), а також роботу пластичної A_p і пружної деформації A_c в процесі індентерування.

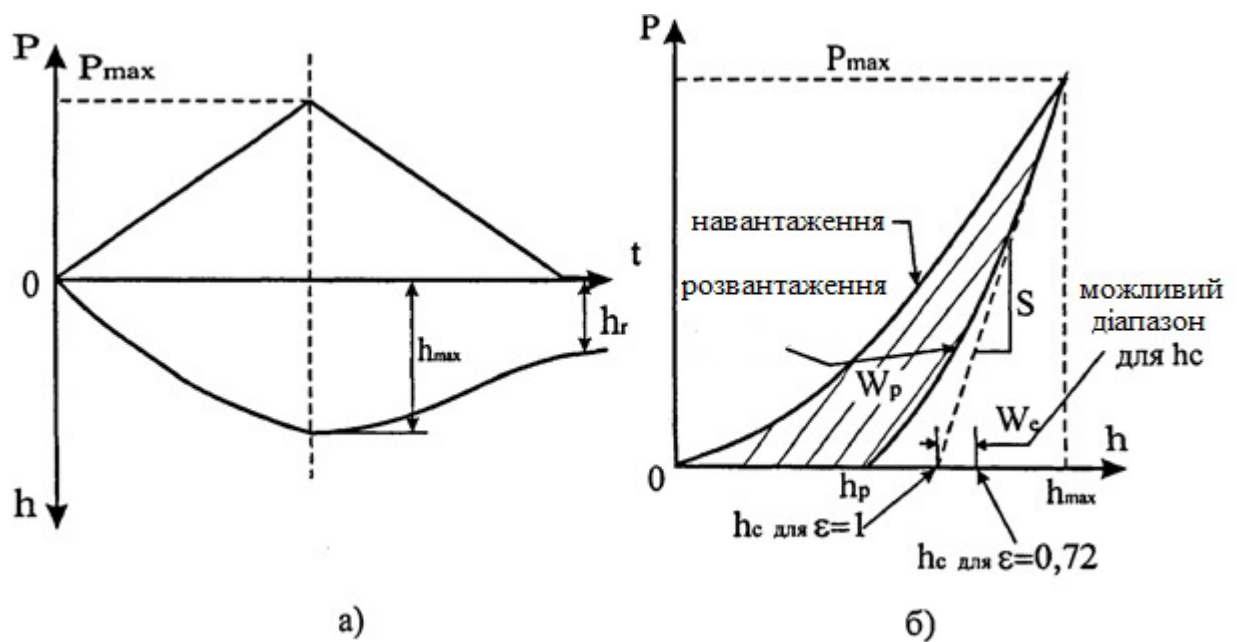


Рисунок 2.1 – Метод кінетичної твердості (depth-sensing indentation), а) Кінетика зміни навантаження P та глибини занурення індентора h у циклі «навантаження – розвантаження»; б) Діаграма залежності навантаження P від глибини занурення індентора h . P_{\max} – максимальне навантаження на індентор, h_{\max} , h_p , h_c – глибина невідновленого відбитка, залишкового відбитка та глибина контакту, відповідно; W_p і W_e – робота пластичної та пружної деформації, відповідно; S – жорсткість контакту [16]

В даний час достовірно встановленої та експериментально перевіреної методами контактної профілометрії, електронної та тунельної мікроскопії і АСМ можна вважати геометрію пластичного відбитка, одержуваного *post factum* після його повного розвантаження (рис. 2.2). З рисунків 2.1, 2.2 видно, що максимальну глибину занурення h_{\max} і глибину залишкового відбитка h_p

можна отримати безпосередньо з P-h діаграми.

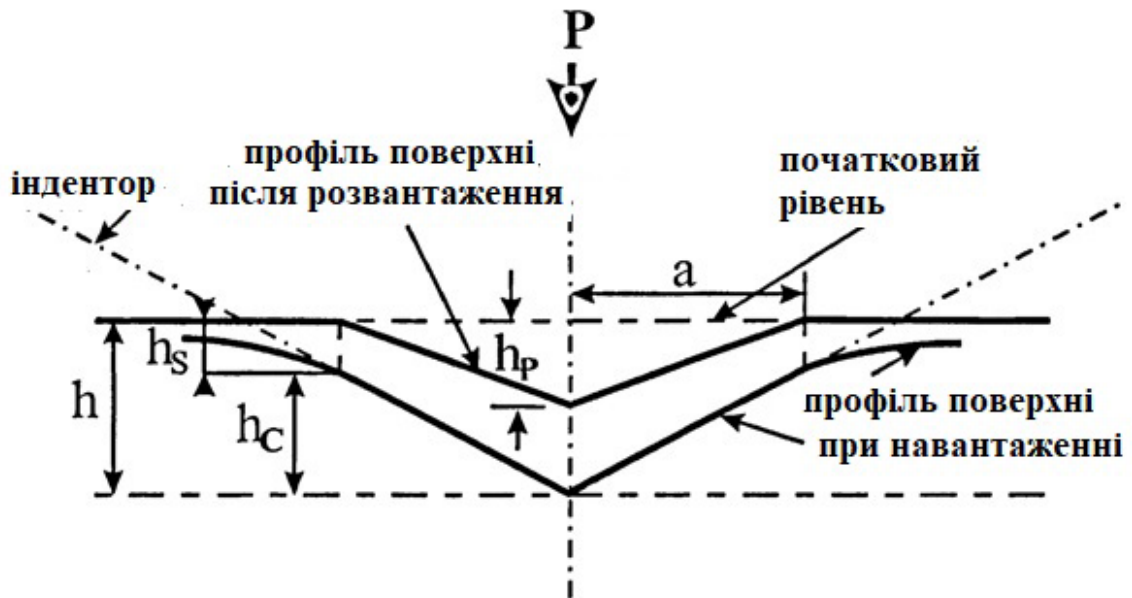


Рисунок 2.2 – Схема формування відбитка для загального випадку пружно-пластичного контакту: h – величина зміщення індентора, h_s – пружний прогин поверхні, h_c – справжня (контактна) глибина відбитка, h_p – глибина залишкового (пластичного) відбитка, a – радіус контактної плями [16]

У той самий час контактну глибину h_c (тобто відстань від вістря зануреного індентора до площини його реального контакту з матеріалом) не можна визначити у такий спосіб, саме ця величина використовується для обчислення твердості за такою формулою (2.1). В одній з перших робіт з інтерпретації результатів наноіндентування, Дернер і Ніке [ПЗ] запропонували вважати, що h_c відповідає точці перетину дотичної до розвантажувальної кривої, проведеної від точки h_{\max} до перетину з віссю глибин (рис. 2.1). Це передбачає, що розвантаження відбувається за лінійним законом. Однак, для багатьох матеріалів, наприклад, керамік, розвантажувальна крива не є лінійною. У [2] для опису поведінки матеріалу при розвантаженні запропонований степеневий закон (2.2):

$$P = A(h - h_p)^m, \quad (2.2)$$

де m може змінюватися від 1,25 до 1,4 залежно від пружно-пластичних властивостей матеріалу (при зміні H/E від 0,1 до 0,01).

На підставі цього і використовуючи рішення Снеддона для пружного осесиметричного відбитка [16], було отримано вираз контактної глибини (2.3):

$$h_c = h'_c + (h_{\max} - h'_c)(1 - \varepsilon), \quad (2.3)$$

де h_c відповідає контактній глибині за Ніксом,

ε – геометричний фактор, що дорівнює 0,72 для пірамідальних інденторів Віккерса і Берковича.

Ще детальніший аналіз поведінки розвантажувальної кривої провели Маркс і Балці [17], які запропонували інший закон для контактної глибини (2.4):

$$h_c = h_{\max} - (h_{\max} - h_p)(1 - k), \quad (2.4)$$

де $k \approx 0,58$ – параметр матеріалу, зазвичай постійний для великих $H/E > 0,04$. Але при $H/E < 0,04$ параметр k більш чутливий до властивостей матеріалу, зокрема, до утворення навалів або впадин біля відбитку, що обмежує область застосування формули (2.4).

Однак для обчислення твердості за формулою (2.1) недостатньо знати величину h_c . Щоб розрахувати площу контакту A_c , необхідно враховувати, що вершина будь-якого пірамідального індентора не є ідеально гострою, і радіус закруглення у вершині істотно впливає на величину A_c , тим більше, чим менше глибина друку. Функція гостроти вершини індентора визначається за різними методиками, і якщо вона відома, то тільки тоді виконується $A_c = A(h_c)$.

У багатьох випадках цікаво знати значення твердості як при h_{\max} , а й у будь-якій точці P - h діаграми. Тільки метод модулювання навантаження

додатковою гармонічною силою малої амплітуди [2, 17] дозволяє безперервно вимірювати жорсткість контакту і отримувати значення твердості. В інших випадках доводиться користуватися спрощеною процедурою, вважаючи, що зсувні напруги в контакті зневажливо малі і контактний тиск дорівнює гідростатичному. Для індентора Берковича це означає, що (2.5):

$$\sigma_i = \frac{P_i}{A_i} = \frac{P_i}{24,5(h_c)_i^2}, \quad (2.5)$$

де $(h_c)_i$ – миттєве значення глибини відбитку.

Однак, в інструментальному індентуванні переміщення індентора і глибина відбитка – не те саме. Як впливає з рисунку 2.2, переміщення індентора h складається з двох компонентів: власне глибини відбитка h_c і пружного прогину поверхні навколо периметру відбитка h_s , тобто. $(h)_i = (h_c)_i + (h_s)_i$. Щоб визначити величину h_s при будь-якому значенні h , можна скористатися тим фактом, що в разі суто пружної деформації прогин поверхні пропорційний кореню квадратному з величини навантаження [177], тобто (2.6):

$$(h_s)_i = (h_s)_{\max} \sqrt{(P_i / P_{\max})}, \quad (2.6)$$

де $(h_s)_{\max}$ пружний прогин поверхні при максимальному навантаженні на індентор, а індекс «i» відповідає поточним значенням глибини і навантаження.

У [3] це рівняння було поширене і на випадок пружно-пластичної деформації, що дозволило визначити середній контактний тиск у відбитку для будь-якого значення переміщення.

У цілому нині, інформативні можливості методу набагато перевищують можливості статичного індентування. Фактично це

еквівалентно переходу від вимірювання однієї кількісної характеристики (наприклад, межі плинності) до безперервної реєстрації діаграми навантаження, аналогічній діаграмі σ - ε в макроскопічних одноосних випробуваннях. Останнім часом запропоновано кілька різних методів оцінки ступеня деформації матеріалу під індентором на підставі перебудови даних, що містяться в P-h діаграмах координати σ - ε .

Динамічна контактне взаємодія макротіл при високошвидкісному співударі інтенсивно вивчається з часу появи вогнепальної зброї. До теперішнього часу процеси впровадження жорсткого бойка в перешкоду досить детально проаналізовані з позицій механіки суцільних середовищ. Для методики ударного навантаження характерно те, що при динамічних випробуваннях діапазон швидкостей деформації становить 10 - 10^6 с^{-1} , тоді як при статичних – 10^{-6} - 10^{-1} с^{-1} , а за деякими оцінками час життя одиничної плями контакту при кінетичному терті обчислюється мікросекундами.

Складність фізичних процесів, що протікають у матеріалах під дією імпульсних напруг, не дозволяє створити загальної теорії поведінки матеріалів при динамічному навантаженні. Якісна сторона досліджених явищ зводиться до наступних фактів. Швидкість деформування матеріалів несуттєво впливає на модуль пружності. Вплив швидкості деформування на пластичні характеристики – межа плинності та твердість – виявляється досить значним. Наприклад, динамічна межа плинності при швидкостях удару до 10 м/с може зростати в 2-3 рази в порівнянні зі статичним, але зі зростанням швидкості темп зростання межі плинності падає. Динамічна твердість H_{VD} виявляється завжди вище статичної твердості H_V . При швидкості деформування $\dot{\varepsilon} \sim 2 \cdot 10^3$ с^{-1} приріст H_{VD} для монокристалічного Al становить всього 1%, а для Ti – 30,57%. При цьому розмір зони пластичної деформації навколо відбитка індентора зменшується зі зростанням межі плинності.

У кераміках, на відміну від металів, зростання швидкості деформування веде до збільшення напруги руйнування і динамічної в'язкості

руйнування. У трансформаційно зміцнюваних кераміках відношення динамічної в'язкості руйнування до статичної досягає 2. У той же час, у склоподібних матеріалах (таких як ZnS) поряд зі зростанням твердості при імпульсному навантаженні відбувається зменшення динамічної в'язкості руйнування K_{ic} . Специфіку поведінки H_V і K_{ic} і при динамічному навантаженні особливо важливо знати тому, що в даний час обговорюються близько 30 різних моделей абразивного і ерозивного зносу, в 13 з яких ці величини відіграють ключову роль. Однак, показник ступеня при швидкості в цих моделях варіюється від 2 до 5, в першу чергу через недостатню вивченість часо залежних властивостей твердості.

При імпульсному (динамічному, ударному) навантаженні методом складеного стрижня Гопкінсона і т.п. реалізуються дуже короткі (до одиниць мкс) часи контакту, забезпечуються високі швидкості деформації, але при цьому отримати розміри плями контакту мікрометрових розмірів отримати неможливо.

Справа в тому, що цей метод динамічного навантаження використовує прискорення бойка за допомогою газової рушниці. При цьому досягаються швидкості переміщення індентора до 100 м/с, але кінетична енергія індентора така велика, що формуються відбитки з діагоналлю в сотні мікрон і навіть у жорстких матеріалах. Використовуються для динамічного навантаження і маятникові копри, де швидкість індентора не перевищує 10 м/с, але як і в першому випадку фронт і тривалість навантаження регулювати неможливо.

Для отримання відбитків мікрометрових розмірів доводиться зменшувати швидкість бойка і, відповідно, переходити до мілісекундних часів життя плями контакту. При цьому, на відміну від, з'являється можливість контролювати тривалість і величину навантаження, що додається, і варіювати їх у широких межах. Безперервна запис кінетики впровадження індентора в матеріал дозволила виявити багатостадійність цього процесу і формування зони деформування, визначити основні кінетичні та динамічні параметри, в тому числі і активаційні. Показано, що

пляма контакту формується через стадії: а) пружної деформації; б) пластичної деформації за рахунок генерування та переміщення точкових дефектів та малоатомних кластерів (краудіонів); в) дислокаційної пластичності. При цьому, навіть у м'яких кристалах частка точкових дефектів у формуванні числа мікротвердості завжди дуже істотна, а при переході до жорстких матеріалів і мілісекундних тривалостей контакту формування відбитка може бути обумовлено, головним чином, недислокаційною пластичністю.

При абразивному та ерозивному зносі розміри пошкодження на поверхні матеріалу можуть частково відновлюватися в проміжку між двома послідовними контактами. Наприклад, пошкодження глибиною менше 20 нм на поверхні MgO повністю пружно відновлюються. При імпульсному навантаженні про пружне відновлення можна судити по швидкості і амплітуді відскоку бойка, які залежать від співвідношення пружних і пластичних властивостей матеріалу H/E , де H – твердість, E – модуль пружності Юнга. Прямі вимірювання коефіцієнта відновлення $e = W_i/W_R$ (де W_i – початкова енергія бойка, W_R – кінетична енергія відскоку) дозволили встановити, що здатність матеріалу до дисипації енергії зменшується зі зростанням відношення H/E , що також важливо в розумінні механізмів абразивного і ерозивного зношування.

Таким чином, з викладеного вище випливає, що для кращого розуміння механізмів мікроконтактних процесів необхідне систематичне дослідження їх на всіх рівнях, від атомарного до макроскопічного. При цьому з атомарних механізмів неможливо передбачити макроскопічні властивості внаслідок масштабного ефекту. Кожен із методів дослідження заповнює свою нішу у розмірній та часовій шкалі реальних мікроконтактних процесів. Наноіндентерування в цій ієрархічній структурі займає проміжне положення між АСМ і макроскопічними методами і може бути використане для моделювання елементарних актів контактної взаємодії в нано-і мікрометровому масштабі розмірів плями контакту.

З появою техніки скануючої зондової мікроскопії (СЗМ) стало можливим дослідження мікроконтактних процесів на атомарному та молекулярному рівні. У порівнянні з традиційними методами, техніка СЗМ дозволяє досліджувати елементарний акт контактної взаємодії в контрольованих умовах навантаження і площі контакту з високим дозволом як у вертикальному, так і латеральному напрямку, досліджувати динаміку мікроконтактних процесів в реальному часі, отримувати і обробляти 3D-зображення. Методом атомної силової мікроскопії (АСМ) було надійно встановлено наявність масштабного ефекту – класичні коефіцієнти тертя та швидкості зношування матеріалів на наноструктурному рівні менші, ніж на макрорівні. Для металів ця різниця коливається в межах 10-100 разів навіть за умови, що середній контактний тиск у мікротесті вищий, ніж у макровипробуваннях. Дослідження за допомогою АСМ дозволили встановити ряд нових явищ у нанозносі, таких як ефект прилипання-ковзання, зсув матеріалу поверхні і міжфазне перенесення, фрагментацію матеріалу, багатостадійність структурних фазових перетворень і т. д.. Можливість варіювання в широких межах частотою коливань кантильовера АСМ дозволяє досліджувати ці швидкоплинні процеси з максимальним ступенем наближення до реальних технологічних процесів.

2.3 Методика вимірювання часових залежних характеристик матеріалів

Для реалізації цілей і завдань дослідження часо залежних механічних властивостей матеріалів у субмікрооб'ємах, був розроблений і реалізований ряд відповідних методик експерименту, що дозволяють дослідити поведінку матеріалу під індентором *in situ* в процесі формування відбитка.

Пропоновані методи динамічного мікро- і наноіндентування засновані на безперервній реєстрації переміщення жорсткого індентора і сили, що викликає це переміщення, у широкому діапазоні навантажень (1 мН – 400

мН) різноманітної форми (прямокутної, трапецеїдальної, ступінчасто-наростаючої) і швидкостей нагрівання в інтервалі 14 мН/с до 1,1 Н/с при швидкодії системи реєстрації до $2 \cdot 10^4$ відліків в секунду при часі індентування до 100 с.

Як відомо, найбільш повно та просто динамічні властивості системи можуть бути досліджені шляхом аналізу її відгуку на стрибкоподібне обурення. У цій роботі цей підхід реалізований стосовно індентування за допомогою стрибкоподібного застосування постійного випробувального навантаження до індентора і безперервної реєстрації кінетики його занурення в матеріал з адекватним тимчасовим дозволом (рис. 2.3).

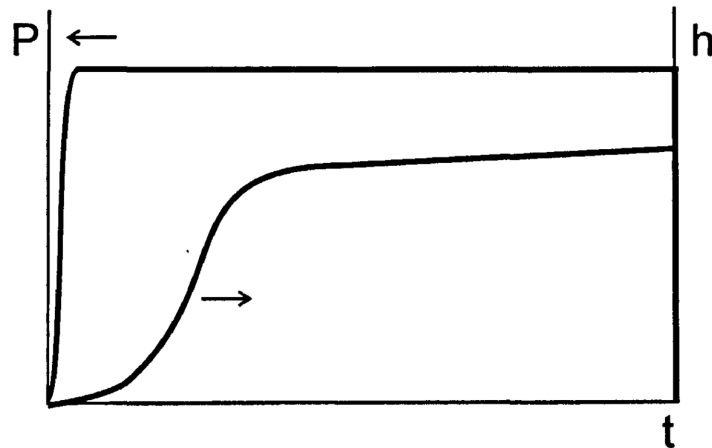


Рисунок 2.3 – Схема вимірювання часо залежних характеристик твердих тіл при дії на індентор імпульсу сили (P) прямокутної форми, h – глибина впровадження, t – час [12]

Реєстрована при цьому залежність $h=f(t)$ характеризує відгук матеріалу на «миттєвий» вплив і дозволяє *in situ* досліджувати процес формування відбитку.

Безперервна реєстрація глибини занурення індентора в часі $h(t)$ дозволяє визначити миттєві значення швидкості впровадження за формулою (2.7):

$$v(t) = dh / dt , \quad (2.7)$$

швидкості відносної деформації (2.8):

$$\dot{\varepsilon}(t) = v(t) / h(t) = dh / dt \cdot l / h, \quad (2.8)$$

сили опору матеріалу запровадження індентора (2.9):

$$F(t) = F_0(t) - m \cdot a(t), \quad (2.9)$$

усереднених за площею відбитка контактної напруги під індентором $\sigma(t)=F(t)/A(t)$, чисельно рівних динамічної твердості за Мейєром $H_d(t)=\sigma(t)$; твердості по Віккерсу $H_V=0,92F(t)/A(t)$. Тут $F_0(t)$ – сила, що прикладається до штока зі сторони приводу, m – маса штока з індентором.

Прискорення застосування індентора (2.10):

$$a(t) = \dot{v} = d^2h / dt^2, \quad (2.10)$$

Усереднені за площею відбитка контактні напруги під індентором $\sigma(t)=P(t)/A(t)$, де $P(t)$ – поточне значення навантаження на індентор, $A_c(t)$ – поточне значення площі проекції відбитка на поверхню матеріалу.

При традиційному наноіндентуванні імпульс навантаження зазвичай має правильну трапецеїдальну форму (рис. 2.4).

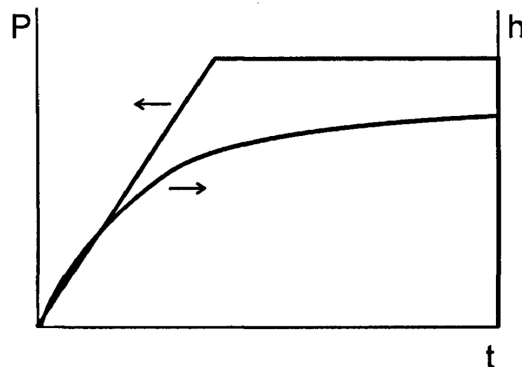


Рисунок 2.4 – Схема вимірювання кінетики впровадження індентора (h) при дії трапецеїдального імпульсу сили (P) [12]

При цьому тривалість стадії навантаження і витримка під постійним навантаженням могли варіюватися в інтервалі від кількох часток секунди до сотень секунд. Це дозволяло здійснювати навантаження з постійною швидкістю зміни навантаження $P=dP/dt=const$. Зміна часу стадії навантаження у межах 10^{-2} с – 10^3 с при $P_{max}=const$ дозволяло варіювати P в широких межах і досліджувати швидкісну залежність твердості $H=f(t)$.

Нова методика наноіндентування – стрибкоподібне навантаження імпульсом амплітуди і тривалості, що перебудовується, є модифікацією методу, описаного вище. Амплітуда стрибка змінюється на $1/10P_{max}$ за тривалості кожної сходинки $1/10t$. Варіювання P_{max} і t дозволяє змінювати навантаження та тривалість її прикладання для кожної окремої сходинки.

Характерні залежності $h(t)$ та $P(t)$ для такого виду навантаження наведені на рисунку 2.5.

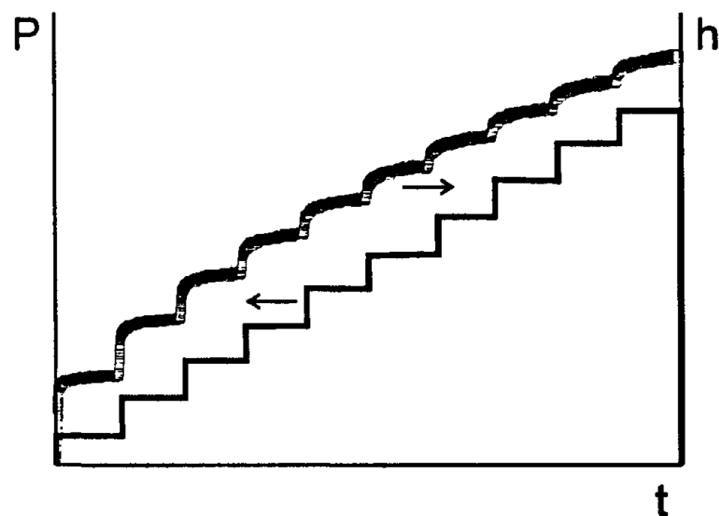


Рисунок 2.5 – Схема вимірювання часо залежних характеристик твердих тіл при дії на індентор східчасто-наростаючого імпульсу сили [12]

Як і при стрибкоподібному навантаженні одиночним імпульсом, тут можна спостерігати кінетику застосування індентора при кожному стрибку навантаження. Крім цього, таке навантаження дозволяє досліджувати вплив деформаційного зміцнення на процес формування відбитка та зони деформації.

Висновки по розділу

1. Практична неможливість збільшення часу моделювання (або числа частинок) до реалістичних значень робить проблематичним прогнозування сил тертя та зносу на реальних умовах у наноконтактах. У типових модельних експериментах зразок моделюється набором паралельних атомних площин (зазвичай 10-20) при загальній кількості атомів поверхні до 10^6 . При цьому загальна кількість атомів індентора становить зазвичай 10-100, а тимчасова роздільна здатність може бути доведена до 10^{-12} с.

2. Встановлено, що через локалізації швидкопротікаючої деформації в субмікронних об'ємах, у плямах контакту навіть при дуже малих навантаженнях виникають високі контактні напруги, що індукують структурні зміни, генерацію та зростання структурних дефектів різного рівня, що веде до руйнування, або, навпаки, до зміцнення контактної поверхні. Для методики ударного навантаження характерно те, що при динамічних випробуваннях діапазон швидкостей деформації становить $10-10^6$ с⁻¹, тоді як при статичних – $10^{-6}-10^{-1}$ с⁻¹, а за деякими оцінками час життя одиничної плями контакту при кінетичному терті обчислюється мікросекундами.

3. Наноіндентування займає проміжне положення між АСМ і макроскопічними методами і може бути використане для моделювання елементарних актів контактної взаємодії в нано-і мікрометровому масштабі розмірів плями контакту.

4. Пропоновані методи динамічного мікро- і наноіндентування засновані на безперервній реєстрації переміщення жорсткого індентора і сили, що викликає це переміщення, у широкому діапазоні навантажень (1 мН – 400 мН) різноманітної форми (прямокутної, трапецеїдальної, ступінчасто-наростаючої) і швидкостей нагрівання в інтервалі 14 мН/с до 1,1 Н/с при швидкодії системи реєстрації до $2 \cdot 10^4$ відліків в секунду при часі індентування до 100 с.

РОЗДІЛ 3

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНО-РОЗРАХУНКОВА ЧАСТИНА

3.1 Експериментальна установка для вимірювання часових залежностей характеристик матеріалів та її калібрування

Для реалізації таких методик як індентування одноразовим прямокутним імпульсом сили, індентування трапецеїдальним імпульсом сили та індентування східчасто зростаючим імпульсом сили, використовувався модернізований прилад для динамічних вимірювань твердості в мікро- та нанометровому масштабі [6]. Його функціональні можливості та межі вимірювання були суттєво розширені відповідно до цілей та завдань дослідження. Так просторову роздільну здатність розширено та доведено до 1 нм, тимчасову – до 50 мкс. Схема експериментальної установки наведена на рисунку 3.1.

Нижче наведено технічні характеристики установки:

1. Діапазон вимірюваних глибин занурення індентора в матеріал: у межах від 1 нм до 10 мкм з точністю не гірше за 1 нм;
2. Діапазон тимчасових параметрів навантаження: від 2 мс до 1000 с при роздільній здатності не гірше 0,1 мс;
3. Діапазон навантажень: від 1 мН до 400 мН при роздільній здатності навантаження не гірше 10 мкН;
4. Здатність навантаження ступінчасто–наростаючим імпульсом навантаження, одиночними імпульсами в режимах з варіюванням кількості (1-10), амплітуди сили та тривалості сходів в інтервалах (0,3-10 с);
5. Здатність навантаження імпульсом навантаження трапецеїдальної форми, з часом фронту наростання і спаду навантаження, що варіюється, амплітуди і часу витримки індентора під навантаженням.

Оцінка відносної похибки обчислення твердості в залежності від похибки вимірювання глибини відбитка Δh здійснюється за формулою (3.1):

$$\frac{\Delta H}{H} = \frac{h^2}{2} \left[\frac{1}{(h - \Delta h)^2} - \frac{1}{(h + \Delta h)^2} \right] \times 100\%. \quad (3.1)$$

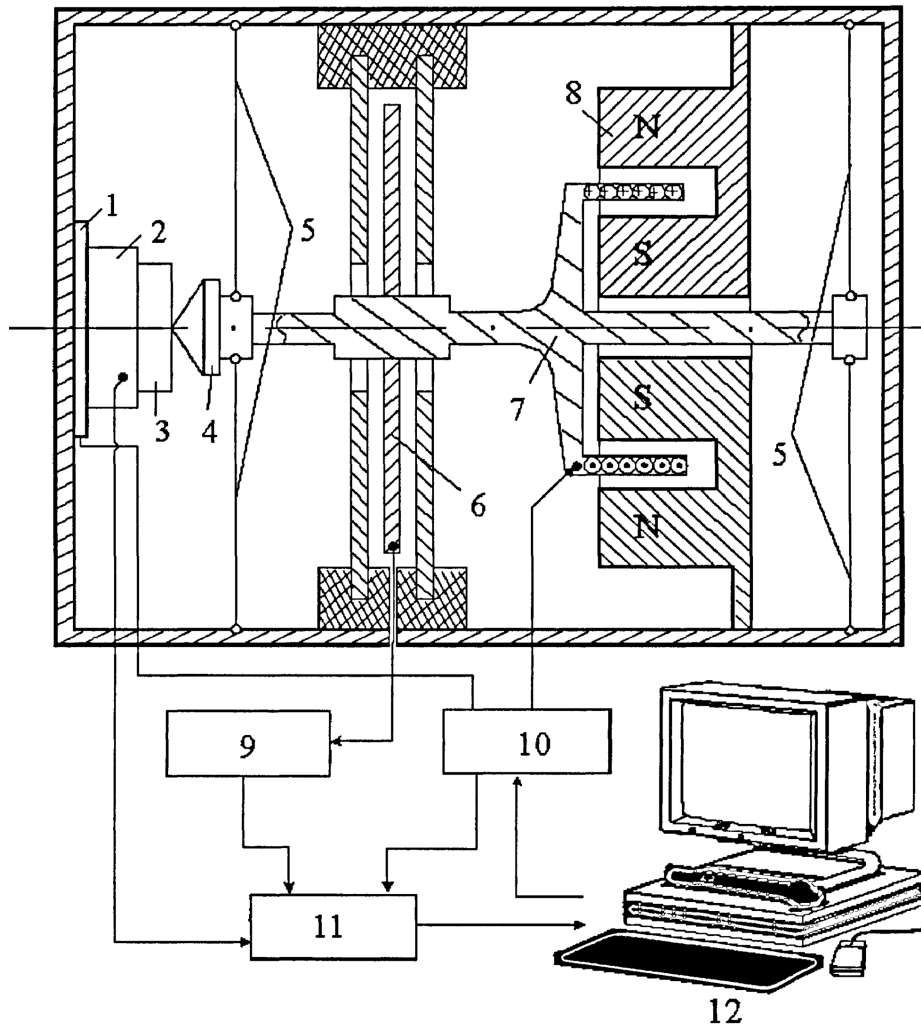


Рисунок 3.1 – Блок–схема експериментальної установки для динамічного наноіндентування: 1 – столик з 3–х координатним п’єзокерамічним приводом, 2 – датчик навантаження, 3 – зразок, 4 – індентор, 5 – елементи підвісу, 6 – ємнісний датчик зміщення, 7 – котушка електромагнітного приводу, 8 – постійний магніт, 9 – підсилювач і підсилювач потужності, 11 – аналого–цифровий перетворювач, 12 – комп’ютер, 13 – станина

За цією оцінкою, якщо при $h_{\max}=5$ мкм сумарна похибка визначення глибини становить $\Delta h=0,05$ мкм, то похибка у обчисленні твердості становитиме близько 2%. Розглянемо можливі причини похибки у визначенні глибини відбитка h докладніше.

Відбиток при першому торканні. Внаслідок впливу деяких зовнішніх факторів (механічні вібрації, температурний дрейф, якість поверхні зразка) ця величина може бути більшою. Її можна оцінити *post factum* за нахилом початкової ділянки кривої навантаження. Якщо він помітно відрізняється від нахилу інших точок кривої навантаження, то апроксимуючи початкову ділянку $P-h$ діаграми за методом найменших квадратів до перетину з віссю глибин h , ми отримуємо в точці перетину глибину відбитка від першого контакту. Щоб уникнути помилок, кількість точок кривої навантаження, що використовуються для апроксимації, рекомендується брати однаковим при індентуванні будь-яких матеріалів. В цілому, це джерело похибки може суттєво спотворювати реальну глибину відбитка тільки при малих навантаженнях (менше 10 мН для жорстких керамік), коли він і підлягає обов'язковому обліку.

Пружний прогин вимірювальної системи. Яким би жорстким не було з'єднання окремих механічних вузлів приладу, пружний прогин окремих його елементів існує завжди. Особливо це стосується П-подібної несучої рами, до якої кріпляться всі рухомі елементи наноіндентометра, у тому числі і вимірювальні датчики. Прилад, на якому проводилися вимірювання, відноситься до наноіндентометрів з пружно-податливою вимірювальною системою, як і більшість комерційних нанотестерів. Пружна податливість виникає через те, що нерухомі пластини датчика зміщення кріпляться на несучій рамі конструкції, тоді як у жорстких машинах вони встановлюються безпосередньо на столику зі зразком. Загальна податливість, що вимірюється C_{total} є сума податливості контакту (зразка) $C_{contact}$ і підатливості установки C_{frame} , та розраховується за формулою (3.2):

$$C_{total} = C_{contact} + C_{frame} \cdot \quad (3.2)$$

Загальна підатливість установки визначається виразом (3.3):

$$\frac{1}{C_{total}} = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{max}, \quad (3.3)$$

де $(dP/dh)_{max}$ визначається нахилом початкової ділянки кривої розвантаження.

Наведений модуль Юнга E_r визначається за формулою Снеддона (3.4):

$$E_r = \frac{1}{2\beta} \frac{\sqrt{\pi}}{\sqrt{A_c}} \frac{1}{C_{contact}}, \quad (3.4)$$

де A_c відповідає площі проекції відбитка при максимальному навантаженні P_{max} , а коефіцієнт β визначається геометрією індентора. Для трикутної піраміди Берковича $\beta=1,034$.

Наведений модуль Юнга E_r визначається співвідношенням (3.5):

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1-\nu_s^2)}{E_s} + \frac{(1-\nu_0^2)}{E_0}, \quad (3.5)$$

де ν_0 та E_0 – відповідно коефіцієнт Пуассона і модуль Юнга матеріалу індентора (для алмазу $\nu_0 = 0,07$; $E_0=1100$ ГПа), а ν_s і E_s – коефіцієнт Пуассона і модуль Юнга досліджуваного матеріалу.

Виражаючи з (3.4) підатливість контакту $C_{contact}$ і підставляючи знайдене значення (3.2), отримаємо (3.6):

$$C_{frame} = C_{total} - \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta} \frac{1}{\sqrt{A}} \frac{1}{E_r}. \quad (3.6)$$

З виразу (3.6) впливає лінійний зв'язок між C_{total} та $A^{-1/2}$. Підатливість експериментальної установки визначається відрізком, що відсікається графіком функції $C_{total}=f(A^{-1/2})$ від осі підатливості. Експериментально процедура визначення C_{frame} полягала в наступному. При кількох фіксованих

величинах навантаження (у діапазоні від 200 до 100 мН) на матеріалі з відомими параметрами ν та E (монокристали Al) отримували відбитки та відповідні P - h діаграми. З нахилу розвантажувальної кривої обчислювалася величина C_{total} . Потім, вважаючи, що діагональ відбитка не відчуває пружного відновлення після повного розвантаження, в оптичному мікроскопі вимірювали довжину сторін відбитка a , і за формулою (3.7):

$$A_c = 0,433a^2, \quad (3.7)$$

розраховували площу проекції контакту індентора з матеріалом. Будувався графік залежності $C_{total}=f(A^{-1/2})$ та його перетин з віссю C визначало підатливість установки.

Результати калібрувальних вимірювань наведено на рисунку 3.2. З них випливає, що підатливість установки дорівнює $C_{frame}=0,538 \text{ нм/мН}=0,538 \cdot 10^{-6} \text{ м/Н}$.

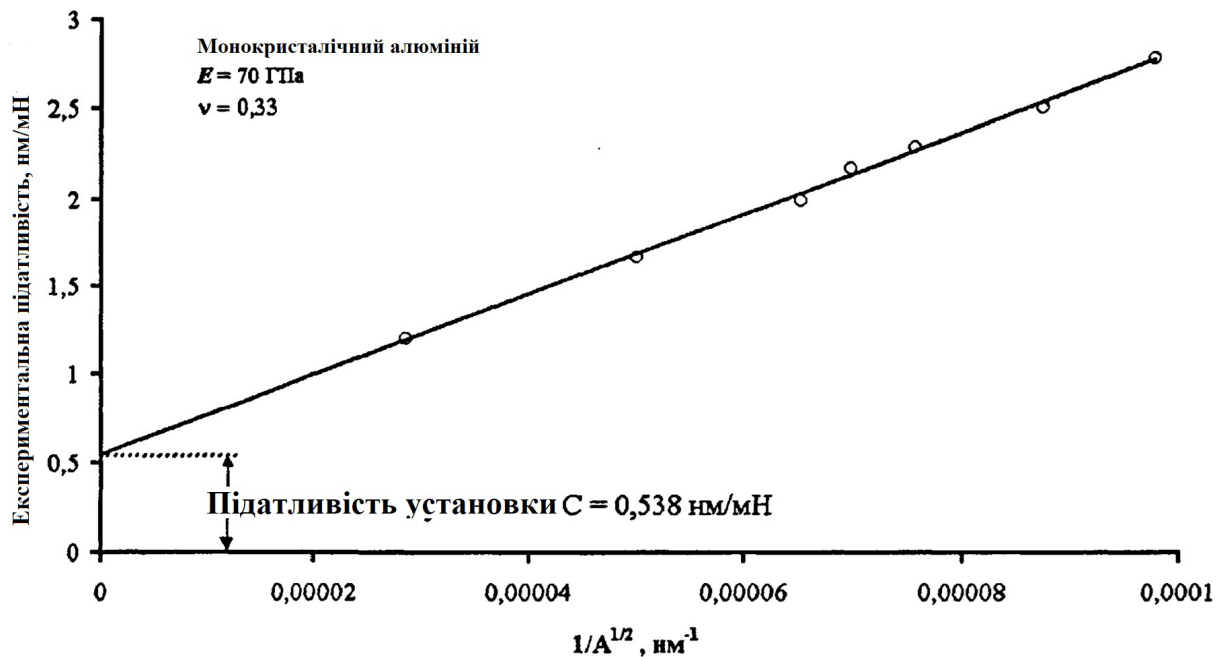


Рисунок 3.2 – Залежність підатливості C_{total} системи «зразок – установка» від розміру відбитку для монокристалічного Al

Знання величини C_{frame} дозволяє відокремити з вимірюваного переміщення індентора h_{total} пружний внесок машини і отримати справжню глибину занурення індентора в досліджуваний матеріал за формулою (3.8):

$$h = h_{total} - \varepsilon C_{frame} P. \quad (3.8)$$

З (3.8) випливає, що зі зростанням навантаження зростає і величина вкладу податливості машини у сумарне зміщення індентора. Отже, у верхній частині $P-h$ діаграми вплив пружної податливості буде більшим, а це викликає зміну нахилу розвантажувальної кривої та відповідну похибку визначення модуля Юнга.

Гострота кінчика індентора. Співвідношення $A \sim h_c^2$, що використовується при розрахунку твердості, справедливе тільки для ідеально гострих інденторів. Усі реальні індентори мають кінцевий радіус притуплення вершини, зазвичай, у межах від 50 нм до 200 нм. Якщо це не враховувати, то за малих глибин відбитка розбіжність між реальною і видимою глибиною занурення індентора може досягати десятків відсотків. Оцінити гостроту кінчика індентора можна безпосереднім вимірюванням профілю його відбитка в пластичному матеріалі методом електронної мікроскопії, або аналогічно описаної вище процедури калібрування підатливості, тільки при значно менших навантаженнях. Ми користувалися третьою методикою, у якій розмір відбитка безпосередньо не вимірюється. Сутність методу полягає в тому, що ізотропний матеріал (зазвичай використовується плавлений кварц) індентується у широкому діапазоні навантажень для отримання відбитків завглибшки від одиниць до сотень нанометрів. Далі контактна глибина відбитка h_c визначається екстраполяцією початкового нахилу розвантажувальної кривої (як було описано вище). Площа контакту визначається незалежно від h_c з урахуванням реального $C_{frame}=0,538$ нм/мН та експериментально визначеної жорсткості контакту $S=dP/dh$ згідно з виразом (3.9):

$$A_c = \frac{\left(\frac{\sqrt{\pi}}{2\beta E_r}\right)}{\left(C_{total} - C_{frame}\right)^2}. \quad (3.9)$$

Чисельник формули (3.9) – постійна для даного матеріалу величина, оскільки передбачається, що модуль E_r не змінюється за зміни навантаження. Для плавненого кварцу $E_r=69,6$ ГПа і з урахуванням цього формула (3.9) набуває вигляду (3.10):

$$A_c = \frac{1,365 \cdot 10^{-4}}{\left(C_{total} - C_{frame}\right)^2}. \quad (3.10)$$

Залежність площі контакту A_c від глибини пластичного відбитка h_c для індентора Берковича, що використовується в роботі, наведена на рисунку 3.3.

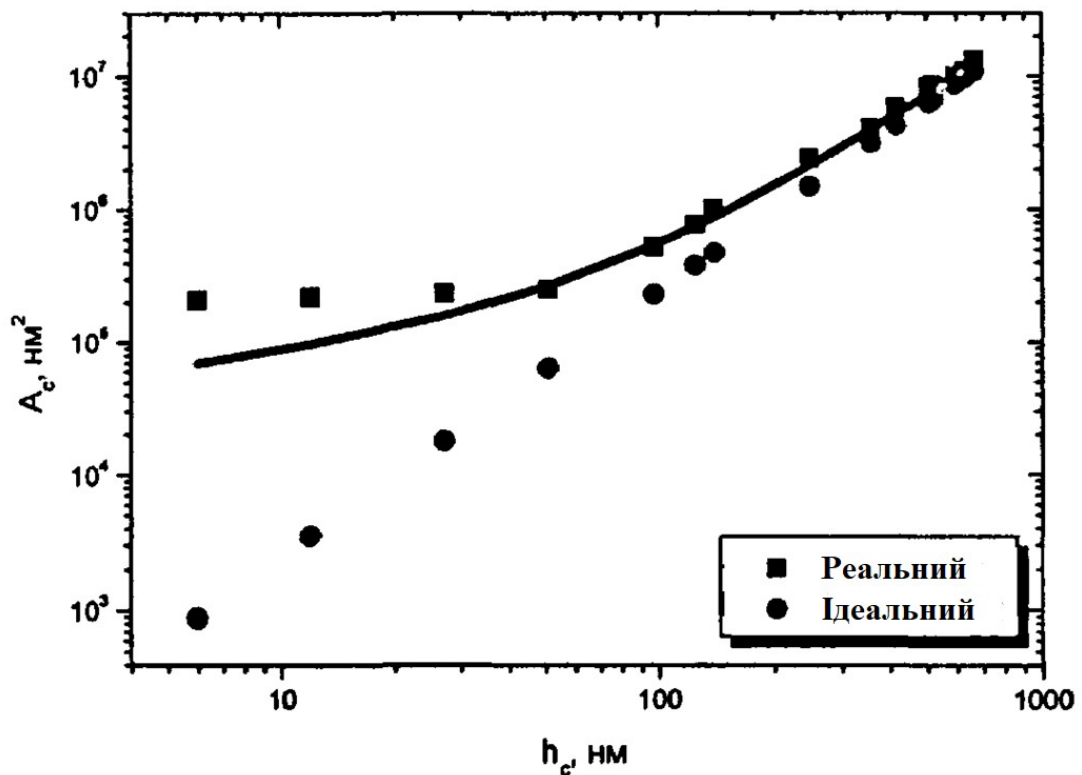


Рисунок 3.3 – Співвідношення між глибиною та площею проекції контакту для ідеального та реального інденторів. Матеріал – плавлений кварц

Суцільна лінія відповідає теоретичній площі контакту $A_c = 24,56h_c^2$, а пунктирна – реальній площі проекції контакту. Інтерполуючи експериментальні дані поліноміальною функцією, знаходимо для даного індентора формулу (3.11) реальної площі контакту, яку необхідно використовувати для розрахунку твердості:

$$A_c = 24,5 \cdot h_c^2 + 1535,325 \cdot h_c + 8135,254 \cdot h_c^{1/2} + 25538,7 \cdot h_c^{1/4} + 0,1354 \cdot h_c^{1/8} - 0,5235 \cdot h_c^{1/16} + 30,724 \cdot h_c^{1/32} - 302,967 \cdot h_c^{1/64} - 20,64 \cdot h_c^{1/128}. \quad (3.11)$$

З рисунка 3.3 видно, що розбіжність реальної та ідеальної залежностей $A \sim A(h_c)$ починається при глибині контакту менше 300 нм, а при великих глибинах ідеальна та реальна залежності збігаються. Отже, саме при $h_c < 300$ нм необхідно використовувати формулу (3.11) при розрахунку твердості.

Форма друку. Утворення навколо відбитка навалів матеріалу, що витісняється з деформованого об'єму, також є одним із джерел похибки вимірювання глибини відбитка, тому що в цьому випадку контактна глибина h_c виходить менше, ніж відсутність навалів. Утворення навалів навколо відбитка характерне для м'яких та пластичних матеріалів і практично не має місця для керамік та ковалентних кристалів. Якщо немає можливості безпосередньо виміряти висоту навалів, то для їх оцінки існують непрямі методи.

Тепловий дрейф. Зміна температури зразка або деталей вимірювальної системи наноіндентометра в процесі вимірювань також є причиною різниці між видимою та справжньою глибиною занурення індентора. Висока чутливість датчика зміщення веде до того, що коливання середньодобової температури в приміщенні в межах $\pm 0,2^\circ\text{C}$ викликає тепловий дрейф індентора зі швидкістю 0,01 нм/с. При швидких вимірюваннях, природно, такий дрейф не робить істотного впливу на результат вимірювань. Інше джерело теплової енергії – джоулеве тепло, що ущільнюється в котушці навантаження. При максимальному навантаженні на індентор в котушці

витікає потужність ~ 250 мВт. Частина цієї теплоти витрачається на нагрівання титанового штока, який розширюється і спричиняє зміщення рухливих пластин датчика. Оцінка зміщення дає (при довжині штока 250 мм) величину $\Delta h/\Delta t = 0,025$ нм/с. За часів вимірювання порядку 10 с ним можна знехтувати.

Шорсткість поверхні зразка. Будь-яка поверхня, навіть відшліфована за вищим класом чистоти, містить на поверхні неоднорідності, висотою в десятки нанометрів на відстані між окремими піками в десятки і більше. В результаті, при першому контакті індентор може торкатися зразка всього в кількох точках (і необов'язково гострою вершиною), що веде до завищення контактної глибини занурення та відповідного заниження контактної площі. На практиці, розмір шорсткостей повинен враховуватися, як і гострота вершини індентора. Якщо цього не робити, то вимірювання на глибинах менше 20 нм не можна вважати достовірними.

Похибка вимірювання глибини та навантаження. Так як навантаження і зміщення вимірюються з великою точністю, їх вплив на точність обчислення твердості може бути оцінена стандартним способом – логарифмуванням та диференціюванням формули (3.12):

$$\frac{\Delta H}{H} = \frac{\Delta P}{P} \left(1 + \frac{2}{(h_{tot} / (\varepsilon C_1 P)) - 1} \right) - 2 \frac{\Delta h}{h}. \quad (3.12)$$

З (3.12) випливає, що похибка $\Delta P/P$ залежить від жорсткості контакту $1/C_s$. Для випадку пружно-пластичної деформації $\varepsilon \approx 2$ і при фіксованих ΔP та Δh похибка визначення твердості не перевищує одиниць відсотків і стає ще меншою зі зростанням величини навантаження.

Шуми та післядія в системі при розвантаженні. На розвантажувальній гілці $P-h$ діаграм іноді спостерігаються хаотичні злами. Є кілька причин для пояснення цього: а) флуктуації шуму вимірювальних датчиків внаслідок теплових флуктуації, механічних вібрацій, нестабільності напруги живлення і

т.д.; б) післядія зразка в процесі розвантаження (повзучість, в'язко-пружна поведінка, релаксація напружень); в) мінливість коефіцієнта тертя між індентором та зразком. Ці процеси мають переважно випадковий характер і їх неможливо повністю виключити у таких прецизійних вимірах. Послабити їх вплив можна шляхом усереднення результатів якомога більшого числа вимірювань за однакових умов.

Пружні постійні індентори. У формулі (3.5) для розрахунку наведеного модуля Юнга матеріалу фігурують коефіцієнт Пуассона та модуль Юнга матеріалу індентора. Природні алмази, що використовуються для виготовлення інденторів, мають розкид значень модуля Юнга від 800 ГПа до 1200 ГПа. Крім того, значення E для індентора залежить ще від кристалографічної орієнтації алмазу. Враховуючи, що зазвичай у розрахунках береться величина $E=1000$ ГПа, це призводить до різниці порядку 8–10% між видимим і дійсним значенням модуля пружності матеріалу (a , отже, і площі контакте).

Розсіювання властивостей матеріалу. Негомогеність механічних властивостей на макро- і мікроструктурному рівні може викликати великий розкид значень твердості на різних ділянках одного і того ж зразка. Статистичні методи усереднення допомагають оцінити та зменшити вплив цього фактора на точність вимірювань.

Таким чином, є можливість планування експериментів з наноіндентування з урахуванням впливу випадкових та систематичних джерел похибки, та вжиття всіх можливих заходів щодо усунення (або ослаблення) їх впливу на результати експерименту.

З метою отримання даних про якомога ширше коло матеріалів з різними поєднаннями властивостей і можливими механізмами локального деформування, обрані типові представники декількох класів матеріалів: м'яких пластичних кристалів і полімерів, твердих аморфних сплавів і високоміцної кераміки на основі ZrO_2 .

Ці матеріали обрані з урахуванням їх кардинально відмінних

механічних властивостей та внутрішньої будови, широкого застосування як модельних матеріалів у лабораторних дослідженнях та на практиці.

Як індентор використовувався стандартний алмазний наконечник Берковича, експерименти проводилися за кімнатної температури 293 К.

Всі вимірювання та обчислення, наведені в цій роботі, отримані шляхом усереднення не менше 5-10 результатів експериментів, виконаних в однакових умовах.

3.2 Дослідження часо залежних механічних властивостей при мікро- і наноконтактній взаємодії методом індентування однократним прямокутним імпульсом

Як об'єкт дослідження були обрані аморфні металеві сплави (АМС) на основі кобальту – $\text{Co}_x\text{Fe}_{85-x}\text{B}_{15}$ ($x=15, 17, 19, 25, 30, 40, 64$), що не мають регуляторної структури. Вони являли собою стрічку завтовшки близько 30 мкм.

Величина максимальної сили, що додається до індентора – 0,23 Н, була прийнята з урахуванням малої товщини зразка та значення статичної твердості досліджуваних матеріалів. Це забезпечувало індентування в шарі $<1/20$ товщини зразка і не призводило до фізичного псування (продавлювання та тріщиноутворення) досліджуваних аморфних сплавів. Як відомо, вплив деформації протилежної грані зразка на результати вимірювання Н в цих умовах можна знехтувати.

Кінетика застосування індентора на початковому етапі формування відбитка носила якісно схожий характер для досліджуваних матеріалів (рис. 3.4).

Проведене дослідження показало, що відбиток набуває встановлені розміри протягом менше 10 мс, причому фаза швидкого зростання глибини (порядку 1 мкм) займає одиниці мілісекунд (рис. 3.4). Отже, наявного просторового (1 нм) та тимчасового (50 мкс) дозволу було достатньо для

реєстрації динаміки занурення індентора. Як незалежне калібрування було проведено зіставлення величини мікротвердості H_d , розрахованої за динамічними залежностями $h(t)$, з мікротвердістю досліджуваних матеріалів H_s , визначеної на твердомірі типу ПМТ-3. При часі $t \sim 8-10$ с $H_d = H_s$ у межах точності вимірювань.

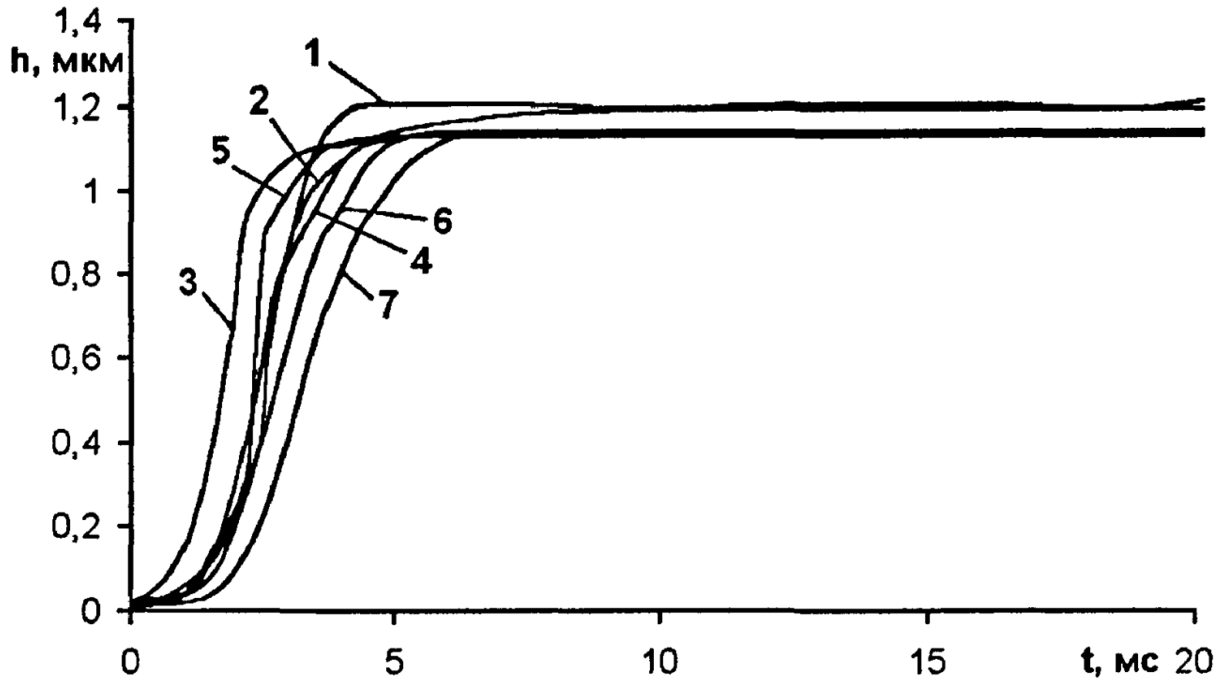


Рисунок 3.4 – Кінетика активної стадії впровадження індентора, аморфний сплав $Co_xFe_{85-x}B_{15}$ при $T=293$ К. Навантаження на індентор – 20,4 мН. (1- $x=15$; 2- $x=17$; 3- $x=19$; 4- $x=25$; 5- $x=30$; 6- $x=40$; 7- $x=64$)

Індентування проводилося за кімнатної температури. Результати вимірів усереднювалися за значеннями, отриманими не менше ніж за десятьма відбитками, завданими в однакових умовах проведення експерименту.

На рисунку 3.4 представлені залежності $h(t)$ у досліджуваних АМС. Видно, що через 8 ± 2 мс від початку занурення залежність $h(t)$ практично виходить на насичення.

Знання реальної динаміки занурення індентора $h=f(t)$ дозволяє визначити ряд кінетичних та силових характеристик процесу індентування:

миттєві значення швидкості впровадження (7); сили опору матеріалу проникненню індентора (9) та динамічну мікротвердість (рис. 3.5).

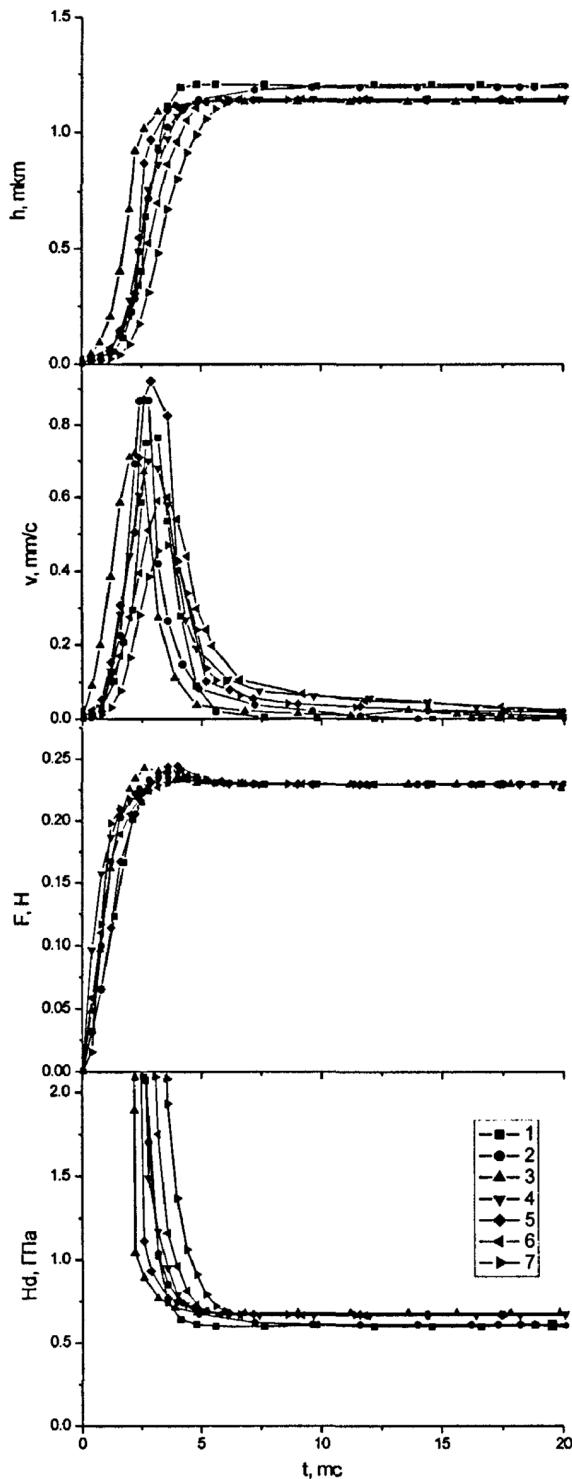


Рисунок 3.5 – Залежності $h=f(t)$, $v=dh/dt=f(t)$, $F=f(t)$, $H_d=f(t)$ на активній стадії впровадження індентора в АМС, що досліджувалися. Навантаження, прикладене до індентора – 0,23 Н. 1 – $Co_{15}Fe_{70}B_{15}$, 2 – $Co_{17}Fe_{60}B_{15}$, 3 – $Co_{19}Fe_{66}B_{15}$, 4 – $Co_{25}Fe_{60}B_{15}$, 5 – $Co_{30}Fe_{55}B_{15}$, 6 – $Co_{40}Fe_{45}B_{15}$, 7 – $Co_{64}Fe_{21}B_{15}$

Перебудовою кінетичних кривих занурення індентора в напівлогарифмічних координатах $\ln \dot{\epsilon} = f(t)$ (рис. 3.6) виявлено три окремі ділянки, дві з яких мають характер близький до прямолінійної. Виявлені ділянки можна ототожнити з окремими стадіями у процесі формування відбитку. Наявність трьох стадій у кінетиці, що розрізняються по кінетиці, характерних часах, нахилах та передекспонентах означає відсутність автомодельності процесу формування відбитку. Кінетика другої та третьої стадій у координатах $\ln \dot{\epsilon} = f(t)$ добре апроксимуються прямими, що мають різні нахили, що свідчить про експоненційний характер релаксації напружень у контакті. Близький до лінійного закон спадання у часі $\ln \dot{\epsilon}$ на другій та третій стадії відбиває експоненційний характер релаксації матеріалу на цих етапах формування відбитку.

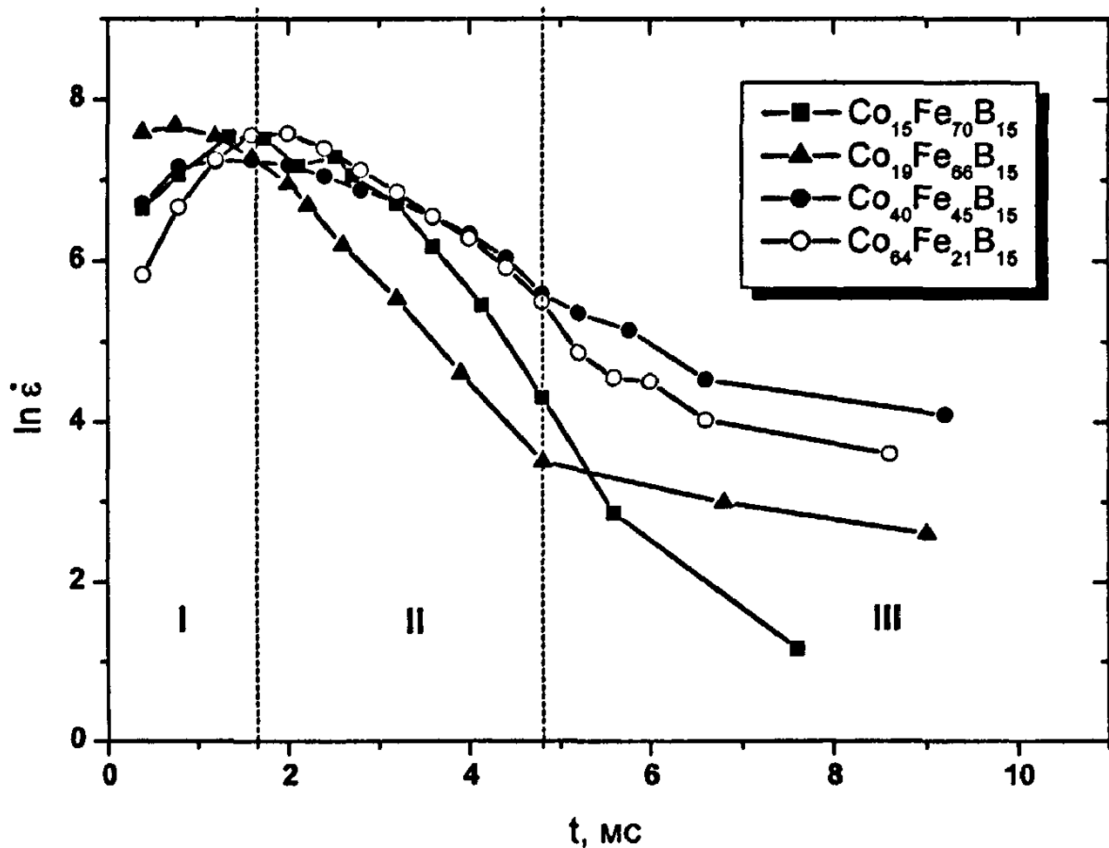


Рисунок 3.6 – Залежності $\ln \dot{\epsilon} = f(t)$ на активній стадії впровадження індентора в аморфні металічні сплави $\text{Co}_x\text{Fe}_{85-x}\text{B}_{15}$. Навантаження, що додається до індентора – 0,23 Н

Перша стадія індентування характеризується зростанням $h(t)$, $v(t)$ і $H_d(t)$ і позитивним прискоренням індентора і завершується для сплаву $Co_xFe_{85-x}V_{15}$ різного складу через 1-2 мс від початку руху індентора. Друга стадія в процесі формування відбитка характеризується зменшенням швидкості впровадження індентора $v(t)$, різким зниженням $H_d(t)$, $\dot{\epsilon}$ і змінюється третьою до 4-6 мс. Третя стадія закінчується майже повним виходом насичення залежностей $h(t)$ при $t \approx 8-10$ мс.

У початкові моменти часу величини $H_d(t) > H_s$ для всіх досліджуваних сплавів. На першій стадії впровадження величина $h(t)$ для всіх концентрацій кобальту має значення менше або близько 50 нм. Ця величина порівнянна зі значеннями, типовими для суто пружного відбитка при квазістатичному режимі індентування навіть більш м'яких іонних кристалів [54]. За підсумками цього можна припустити переважно пружний характер деформації матеріалу цієї стадії індентування.

Починаючи з другої стадії, коли зі збільшенням h , зменшенням середньої контактної напруженості σ в зоні пластичної деформації та величини $H_d(t)$ відбувається зменшення v і $\dot{\epsilon}$, процес формування відбитка обумовлений пластичною деформацією. Наявність експоненціальних залежностей $\epsilon = f(t)$ на другій та третій стадіях індентування дозволяє провести термоактиваційний аналіз з використанням рівняння Арреніуса (3.13):

$$\epsilon = \epsilon_0 \exp\left(-\frac{U^* - (\sigma)\gamma}{kT}\right), \quad (3.13)$$

де k – постійна Больцмана;

T – температура проведення дослідження.

Визначаючи при цьому термоактиваційні параметри – величину активаційного об'єму γ енергії активації U . Однак через відсутність для досліджуваних матеріалів незалежної інформації про енергію активації U структурних дефектів в умовах складного напруженого стану, що виникає

при дії високих локальних напруг, її визначення в процесі динамічного індентерування виявляється малоінформативним для вирішення питання про визначальну моду процесу утворення відбитка. Тому надалі, враховуючи арреніусівський характер кінетики занурення на другій та третій стадіях у припущенні, що процес носить термоактивований характер, величина активаційного об'єму визначалася з урахуванням (3.13) за співвідношенням (3.14):

$$\gamma = \frac{d(\dot{\epsilon})}{d\sigma} kT. \quad (3.14)$$

На другій стадії занурення активаційний об'єм γ для всіх досліджуваних зразків був близький до 10^{-30} м^3 (рис. 3.7).

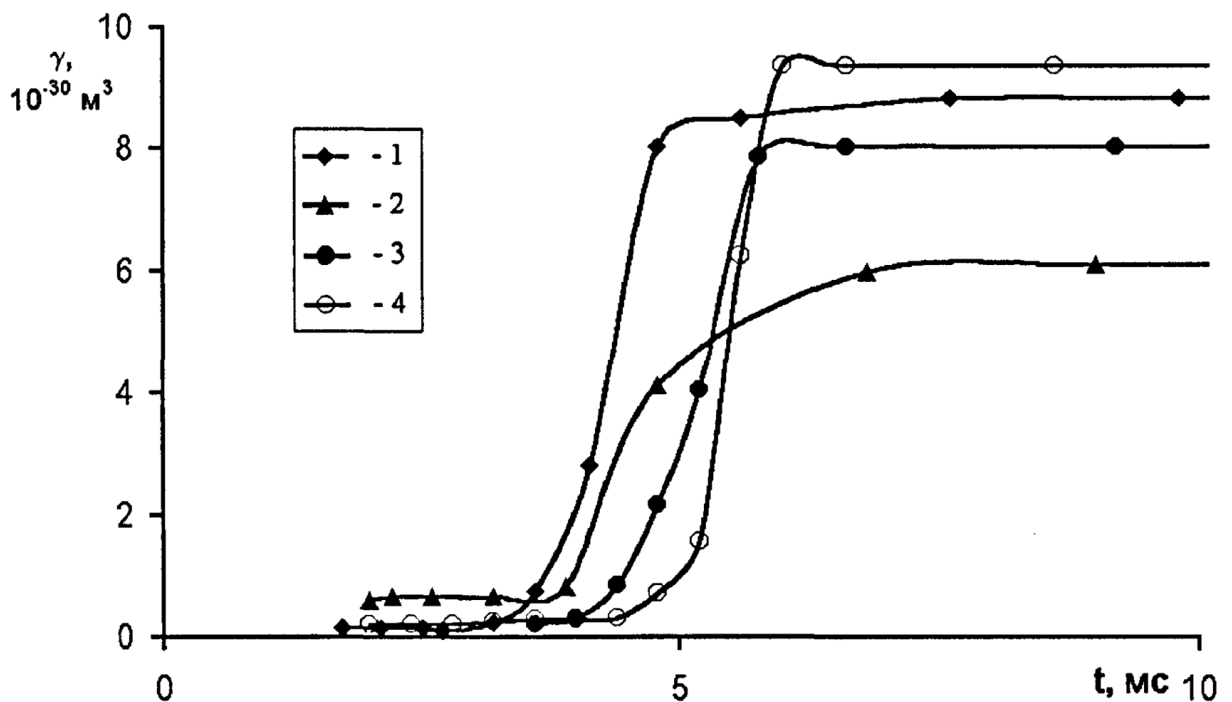


Рисунок 3.7 – Динаміка зміни величини активаційного обсягу – γ у часі.

$\text{Co}_{15}\text{Fe}_{70}\text{B}_{15}$ – (1), $\text{Co}_{19}\text{Fe}_{65}\text{B}_{15}$ – (2), $\text{Co}_{40}\text{Fe}_{45}\text{B}_{15}$ – (3), $\text{Co}_{64}\text{Fe}_{21}\text{B}_{15}$ – (4)

Зазначимо, що настільки малі величини досягаються в умовах дуже

високих значень контактних напруг і динамічної твердості, порівнянних з теоретичною міцністю. Пружні деформації при цьому складають $\sim 10\%$, що викликає відповідне зменшення середніх відстаней між атомами. Активаційні обсяги, близькі або навіть дещо менші за величину обсягу, займаного іоном металу, що входить до складу АМС, свідчать на користь моноатомних механізмів масопереносу на цій стадії. Цей висновок узгоджується з результатами робіт [1-5], у яких незалежними методами навіть для таких м'яких матеріалів як NaCl, KCl тощо показано, що визначальну роль у формуванні відбитка на початковій стадії пластичної деформації під індентором відіграють точкові дефекти. Теоретичне обґрунтування можливості та дієвості таких механізмів показано у роботах [12, 13].

На третій стадії γ зростає до значень порядку $(6\div 9)\cdot 10^{-30}$ м³. Це означає перехід до скорельованого руху малоатомних кластерів у процесі пластичної деформації.

Необхідно відзначити, що похибка визначення в описаному способі в перші мілісекунди формування відбитка дуже висока і може бути оцінена величиною близько кількох десятків відсотків, на пізніх стадіях вона зменшується до значень $\leq 20\%$. Це обумовлено малими значеннями h і площі відбитка на початковій стадії занурення, накладенням на поступальний рух штока слабких загасаючих автоколивань, необхідністю проводити подвійне диференціювання залежностей $h(t)$ для визначення $F(t)$, а так само тим, що проігноровані неоднорідність зовнішніх прикладених напружень та наявність внутрішніх. Однак навіть такої точності цілком достатньо, щоб відрізнити моноатомні механізми пластичної деформації від колективізованіших, «квазікраудіонних». Відмінності γ становлять до одного порядку величини (рис. 3.7), що набагато перевищує похибку вимірювання.

У ПММА проведені дослідження динаміки формування відбитка дозволяють також виявити кінетичні характеристики занурення індентора (рис. 3.8), виявити стадійність та визначити активаційні параметри. Так отримані результати (рис. 3.8) свідчать, що у ПММА відбиток формується

протягом досить довгого часу, що характеризується десятками секунд. Однак значна частина відбитка (до 60-80% від глибини, що склалася, наприклад, до десятої секунди) формується за час близько 10 мс.

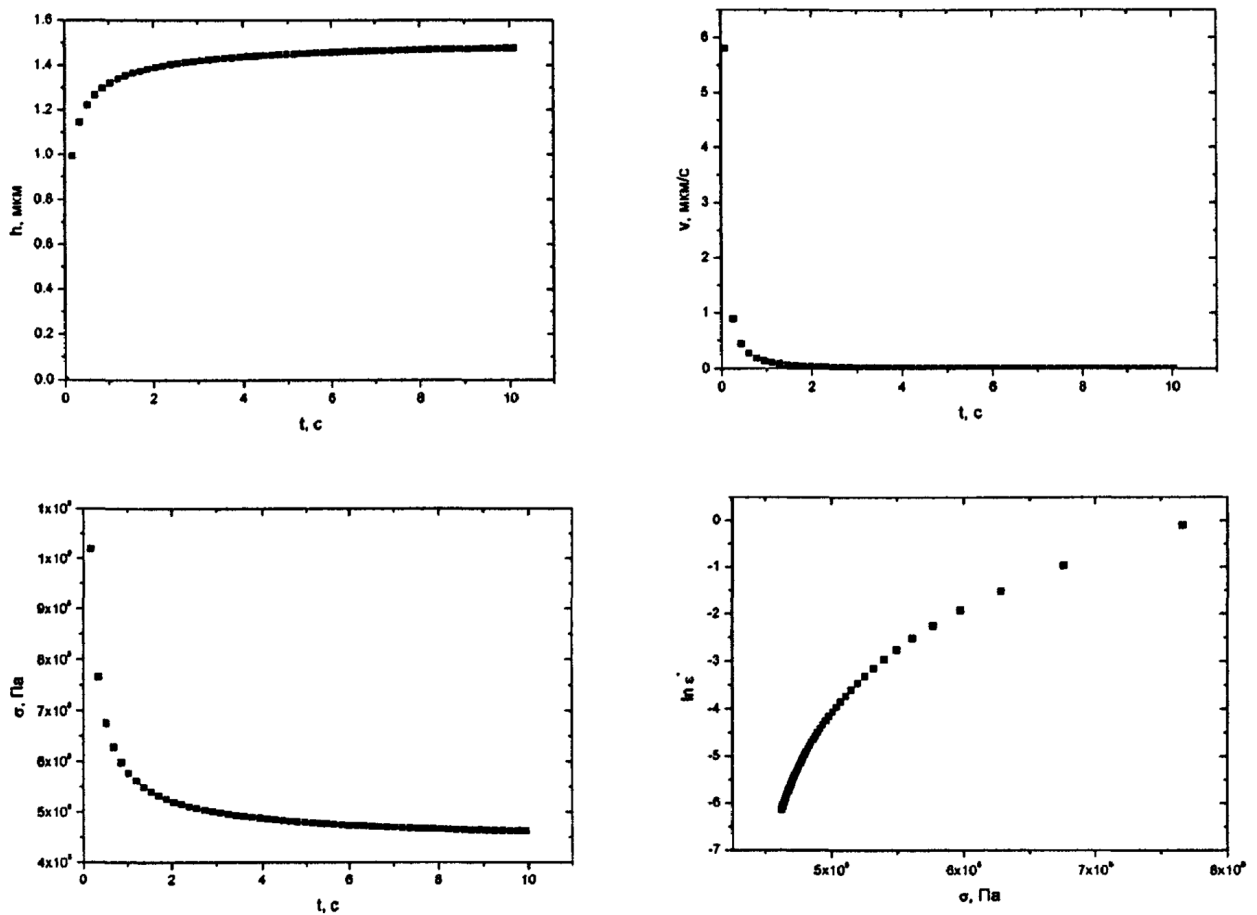


Рисунок 3.8 – Залежності $h(t)$, $v(t)$, $\sigma(t)$, $\ln \dot{\epsilon} = f(\sigma)$ на активній стадії впровадження індентора в ПММА, при $T=293\text{K}$. Навантаження на індентор складало $20,4\text{ мН}$

Перебудова кінетичних залежностей $\dot{\epsilon} = f(t)$ у напівлогарифмічних координатах (рис. 3.9) показує спрямування цих залежностей на окремих ділянках, які можна ототожнити з окремими стадіями.

У ПММА на етапі індентрування до 10 с можна виділити до чотирьох окремих стадій. Перша характеризується зростанням v і $\dot{\epsilon}$, високими значеннями контактних напруг σ і продовжується до $20\text{-}30\text{ мс}$. Всі наступні стадії відбуваються в умовах зменшення v і $\dot{\epsilon}$, мають характер близький до

експонентного, але відрізняються характерними часами, передекспоненційними множниками та показниками експоненти. При цьому друга стадія характеризується інтервалом часу від 2-3 мс до 7-10 мс, третя – до 150 мс, четверта – після 150 мс до 10 с (рис. 3.9).

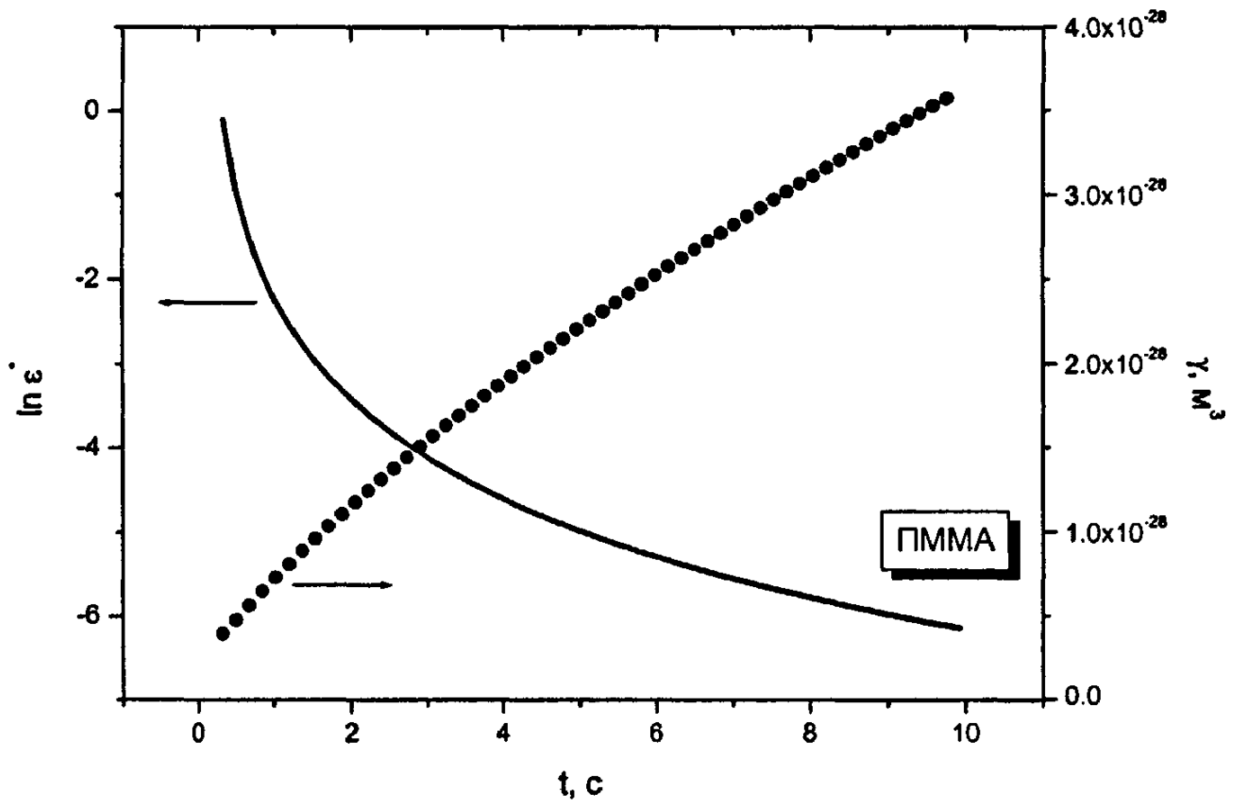


Рисунок 3.9 – Залежності логарифму швидкості відносної деформації $\ln \dot{\varepsilon} = f(t)$ і величини активаційного обсягу від часу t у процесі занурення індентора під дією постійної сили, що додається, в ПММА. $T=300$ К.

Навантаження – 20,4 мН

Експоненційний характер кінетики формування відбитка на всіх стадіях, починаючи з другої, дозволяє застосувати до них термоактиваційний аналіз з використанням рівняння Арреніуса (3.13). Типові значення величини активаційного обсягу γ певного з урахуванням співвідношення (3.14) представлені на рисунку 3.9. Так на другій стадії величина γ_2 змінюється в інтервалі від 10^{-30} м³ до 10^{-29} м³, на третій γ_3 – 10^{-29} м² до $5 \cdot 10^{-29}$ м³, на четвертій γ_4 – від $5 \cdot 10^{-29}$ м³ до $3,5 \cdot 10^{-28}$ м³. Враховуючи складний характер

будови макромолекули ПММА (рис. 3.10) можна зіставити величину з характерними розмірами макромолекули, а також розмірами окремих бічних груп та іонів, що входять до її складу.

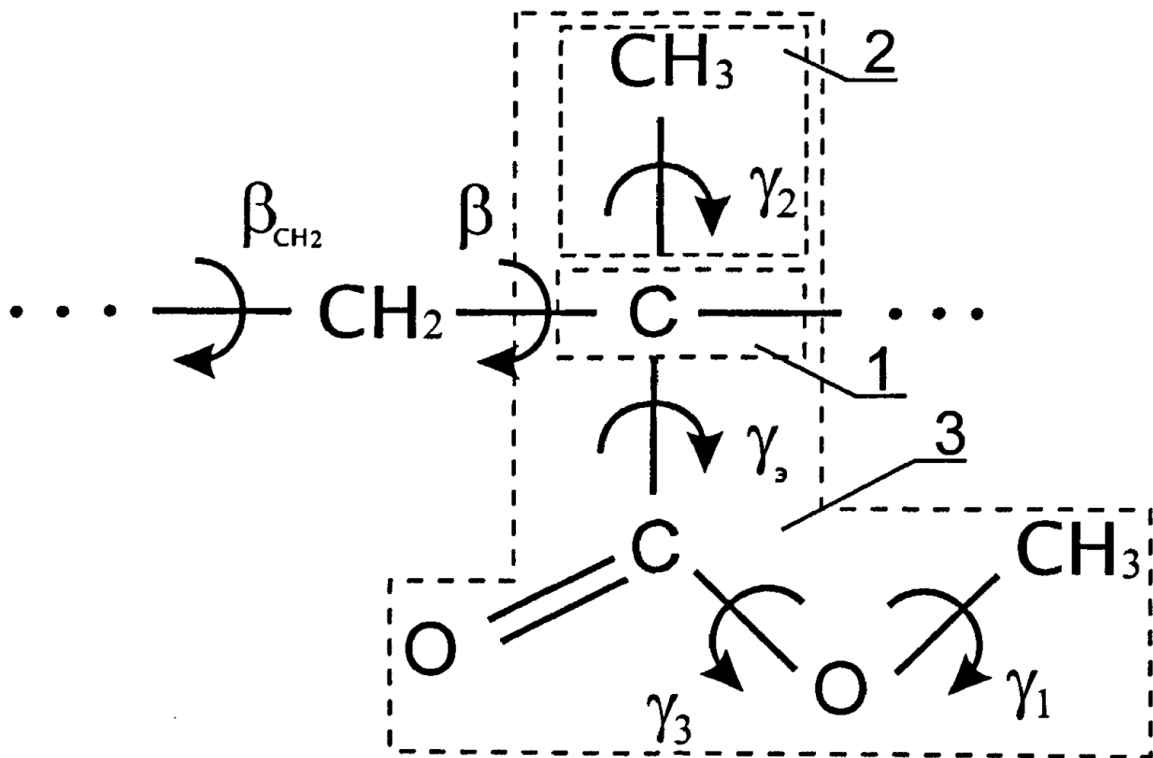


Рисунок 3.10 – Структура ланки, що повторюється, в полімерному ланцюгу ПММА. Пунктиром виділені: 1 – іон вуглецю; 2 – метильна бічна група макромолекули; 3 – хребтова ланка полімерного ланцюга макромолекули

Так типові розміри макромолекули та окремих її елементів (окремих іонів у складі макромолекули, окремих бічних груп та хребтової ланки макромолекули, рисунок 3.10) дозволяють визначити характерні обсяги структурних елементів молекули ПММА:

- для іона вуглецю (C) – $V_i \approx 3,3 \cdot 10^{-32} \text{ м}^3$;
- для бокових груп макромолекули (CH₃) – $V_{гр} \approx 2 \cdot 10^{-29} \text{ м}^3$;
- для окремого хребтового ланцюга макромолекули – $V_{зв} \approx 5 \cdot 10^{-28} \text{ м}^3$;
- для окремого клубка макромолекули – $V_M \approx 3,5 \cdot 10^{-25} \text{ м}^3$.

Враховуючи отримані значення можна припустити, що деформація ПММА на II і III стадіях може відбуватися переважно за рахунок руху бічних

груп макромолекули, оскільки на цих стадіях $\gamma/V_{гр} \approx 0,5-2$. Збільшення величини активаційного об'єму на IV стадії до значень $\gamma/V_{зв} \approx 1$ свідчить на користь того, що на даному етапі домінуючу роль в пластичній деформації починають грати окремі хребтові ланки макромолекули.

Залежності абсолютних та відносних значень активаційного обсягу на другій та третій стадіях від процентного вмісту кобальту показані на рисунку 3.11.

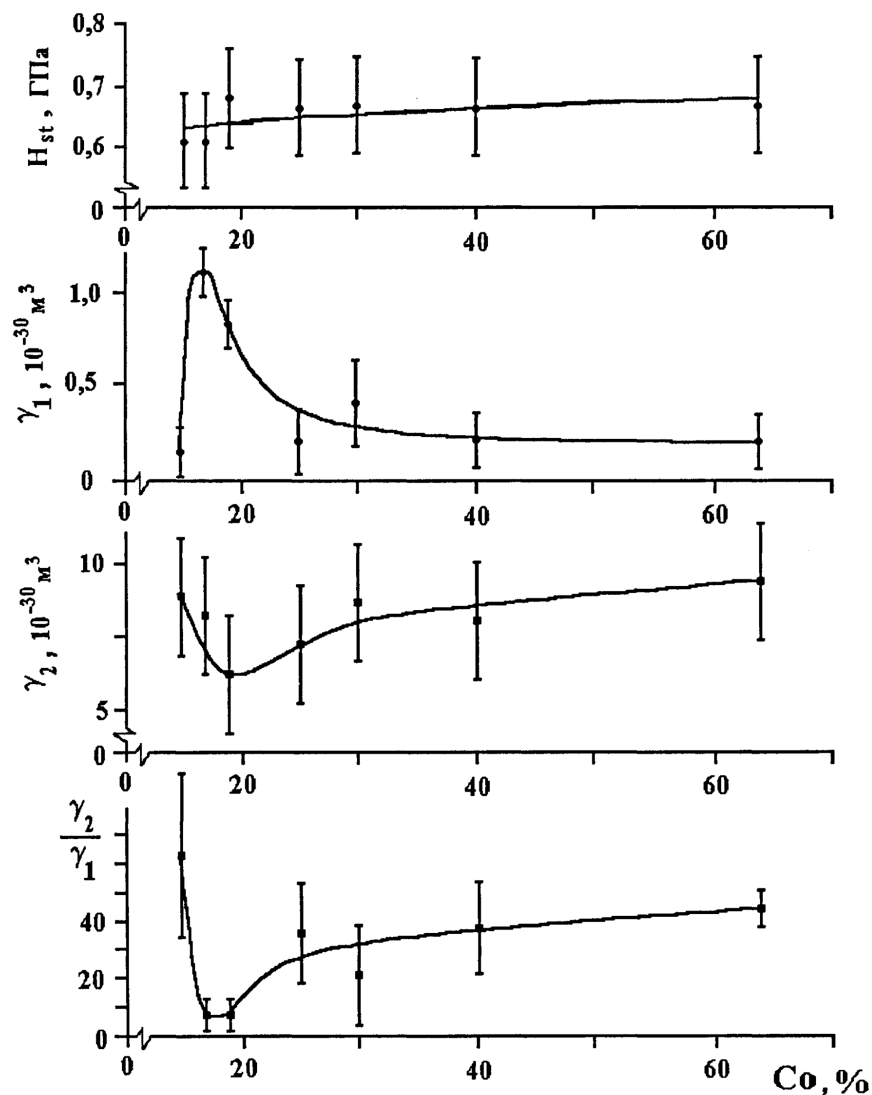


Рисунок 3.11 – Залежність величини статичної твердості H_{st} , абсолютних значень активаційного об'єму на другій – γ_2 і третій – γ_3 стадіях індентерування, а також відношення γ_3/γ_2 від відсоткового вмісту кобальту в аморфному металевому сплаві $\text{Co}_x\text{Fe}_{85-x}\text{B}_{15}$ ($x=15, 17, 19, 25, 30, 40, 64$)

Вони побудовані за середніми значеннями для кожної з цих стадій. З цього рисунку ясно видно, що в області концентрації кобальту 17-19% (евтектичний склад) для виявлених стадій є екстремуми у властивостях, що відображаються на механізмі деформування. Атомна структура евтектичного розплаву може бути утворена тільки одним типом вельми стійких квазікристалічних кластерів, що забезпечують збереження «рідкого» стану евтектичного сплаву до найменшої температури у цій системі Co-Fe-V. У цьому кластер може розглядатися як його кристалічний аналог, утворюючи так званий «одноструктурний стан» евтектичного розплаву. Велика енергія зв'язку атомів у цих кластерах і мала взаємодія кластерів між собою пояснюють підвищену стійкість рідкого стану евтектики при її охолодженні, а також можуть бути причиною мінімальної в'язкості евтектичного розплаву. Відхилення від евтектичного складу призводить до появи в структурі розплаву інших атомних сукупностей, що взаємодіють між собою сильніше, ніж «стехіометричні» кластери, що є причиною більшої в'язкості неевтектичних розплавів.

Ці міркування можуть пояснити знижений опір зсуву міжкластерних кордонів евтектичного аморфного металевого сплаву. Оскільки ці межі формуються внаслідок «зустрічі» поверхонь кластерів при затвердінні расплаву, очевидно, що евтектичні аморфні сплави матимуть лише межі «стехіометричних» кластерів. Уздовж цих меж кластери найменш пов'язані між собою, а взаємна релаксація структури сусідніх кластерів має бути найменшою через максимальну енергію зв'язку атомів у «стехіометричному» кластері. Це забезпечує мінімальний опір зсуву та мінімальну руйнівну напругу аморфного сплаву евтектичного складу. Наведені міркування свідчать про наявність різкого максимуму величини γ_2 на другій стадії індентування аморфного сплаву $\text{Co}_x\text{Fe}_{85-x}\text{V}_{15}$ евтектичного складу (при $x=17$ і $x=19$). Виявлений максимум може свідчити про те, що на початковій стадії впровадження індентора пластична деформація відбувається переважно за рахунок руху квазікристалічних кластерів, які є досить

стійкими утвореннями у сплаві евтектичного складу. Підвищення та зниження концентрації кобальту в сплаві щодо складу ($\text{Co}_{17}\text{Fe}_{68}\text{B}_{15}$ та $\text{Co}_{19}\text{Fe}_{66}\text{B}_{15}$) призводить до відхилення від евтектичного складу та появи в структурі розплаву інших атомних сукупностей, що взаємодіють між собою сильніше, ніж «стехіометричні» кластери. Це підвищує в'язкість неевтектичних розплавів, знижує або робить практично неможливим рух окремих кластерів і пластична деформація в умовах дії на цій стадії високих локальних напруг відбувається за рахунок руху об'єктів розмірів менших, ніж кластери, і обумовлена очевидним рухом окремих атомів. На це вказує і числові значення величини γ_2 , які можна порівняти з величиною обсягу іона хімічних елементів, що входять до складу сплаву.

На третій стадії індентування пластична деформація відбувається в умовах менших контактних напруг, порівнянних за величиною з твердістю досліджуваного матеріалу, та обумовлена зростанням значень зв'язків до величини порядку $10 \cdot 10^{-30} \text{ м}^3$. Такі значення свідчать про скорелюваність у русі іонів, що забезпечують пластичну деформацію аморфного сплаву, очевидно за рахунок формування краудійної або квазікраудіонної структури. При цьому підвищений вміст невзаємодіючих або слабо взаємодіючих між собою досить «дрібних» квазікристалічних кластерів евтектичного сплаву сприятиме їхньому переважному руху на етапі скорелюваного руху (третья стадія індентування). Оскільки обсяг цих кластерів значно менший за обсяг краудіонів, що формуються на даній стадії, це зумовлює переважний рух у сплавах евтектичного складу саме наявних квазікристалічних кластерів, що й проявляється в наявності мінімуму на концентраційній залежності (рис. 3.11).

При цьому величина статичної твердості (див. рис. 3.11.), як і межа плинності залишається малочутливою до складу, що характерно і для інших подібних сплавів на основі Fe, і, отже, обумовлена в роботі величина активаційного об'єму є більш чутливою до стану евтектики аморфного сплаву і значить є більш переважною для визначення евтектичного стану або концентрації, при якій в аморфних сплавах досягається точка евтектики.

3.3 Вплив швидкості прикладення досліджуваного навантаження на динаміку процесу наступної повзучості

Як було показано в огляді літератури, швидкість застосування навантаження до індентора може впливати на багато механічних властивостей матеріалу під ним. У тому числі, значних змін зазнає і твердість. З точки зору механіки твердість є локальним опором пружним і пластичним деформаціям і виражається середнім контактним тиском на поверхню відновленого відбитка. Відомо також, що глибина відбитка, а отже, і величина твердості залежать від часу витримки індентора в матеріалі під навантаженням. Це дозволяє використовувати метод індентування для визначення зміни величини твердості від часу контактної взаємодії та визначати параметри швидкісної чутливості твердості на стадії сталості величини чинної сили. Однак, питання про вплив швидкості навантаження на динаміку формування відбитка, величину твердості та коефіцієнти швидкісної чутливості твердості, а отже і на динаміку протікання локальної пластичної деформації при мікро- та наноконтактних взаємодіях на стадії сталості сили залишається відкритим. Разом з тим, у реальних умовах виробництва, обробки та експлуатації (при атомно-силовій зондовій мікроскопії поверхні, при записі та зчитуванні інформації за допомогою наномеханічного впливу на матеріал носія швидкодіючим локальним навантаженням та ін.) швидкість застосування навантаження здатна не тільки суттєво вплинути, але й визначити механічні характеристики.

Кінетиці формування відбитка під дією постійної величини доданої сили – «повзучості», присвячено велику кількість робіт [7, 12-13, 16, 17]. При цьому, як правило, не розглядається вплив початкової швидкості застосування навантаження на кінетику етапу повзучості при індентуванні. Разом з тим, відомо, що при стандартному індентуванні основна частка відбитка (до 80-90 %) формується за час менше 1 с. Тому дослідження впливу швидкості застосування навантаження до індентора, особливо в

діапазоні зміни часу навантаження менше 1 с представляє особливий інтерес.

Дослідження впливу швидкості застосування навантаження на динаміку формування відбитка найбільш просто може бути реалізовано шляхом аналізу відгуку матеріалу на збурюючий імпульс навантаження трапецеїдальної форми з тривалістю фронту, що варіюється, наростання сили t_f .

Експерименти проводилися на кристалах LiF за кімнатної температури. Навантаження здійснювали трапецеїдальним імпульсом сили з амплітудою 24 мН і тривалістю фронту наростання сили в інтервалі від 0,01 до 1 с. Це забезпечувало інтервал швидкостей навантаження $dP/dt=2,4 \text{ Н/с} - 24 \text{ мН/с}$, перекриваючи до двох порядків величини. Величина амплітуди діючої сили $P_{\max}=24 \text{ мН}$ вибиралася в ході попередніх експериментів виходячи з твердості досліджуваного матеріалу так, щоб h_{\max} при всіх значеннях dP/dt становила величину $<1 \text{ мкм}$; час витримки індентора на етапі повзучості, при постійному навантаженні $P_{\max}=\text{const}$, вибирався виходячи з виходу глибини впровадження індентора на насичення і становив для кристалів LiF при кімнатній температурі $t_{\max}=20 \text{ с}$.

Вимірювальна апаратура дозволяла синхронно, з високим просторовим та тимчасовим заявленими дозволами, реєструвати залежності величини чинної сили – $P(t)$ та глибини впровадження індентора – $h(t)$. Це забезпечувало можливість детального вивчення кінетики формування відбитка у мало дослідженій області нанометрової шкали глибин та відповідало пружно-пластичному деформуванню матеріалу під індентором. При цьому тріщини, які можуть бути виявлені в оптичному мікроскопі, були відсутні. Для кожної умови проведення експериментів було зроблено не менше 10 відбитків, що забезпечувало достатній обсяг даних для кількісної та статистичної обробки результатів.

Перший аналіз отриманих даних показав, що швидкість навантаження dP/dt (або тривалість фронту навантаження t_f при $P_{\max}=\text{const}$) істотно впливає на динаміку і максимальну величину глибини відбитка, що формується, на

етапі повзучості (рис. 3.12).

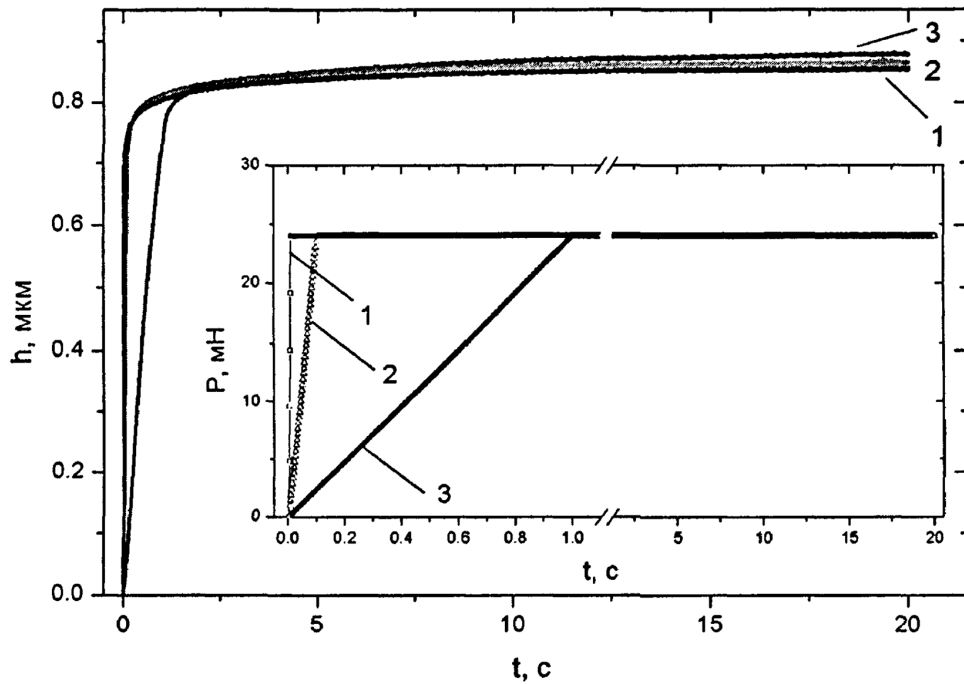


Рисунок 3.12 – Кінетика процесу занурення індентора за різних часів досягнення максимальної сили $t_{\text{ф}}$, с: 1 – 0,01 с; 2 – 0,1 с; 3 – 1с

При цьому кінетика формування відбитка на стадії повзучості для різних швидкостей навантаження носила якісно схожий характер (рис. 3.13).

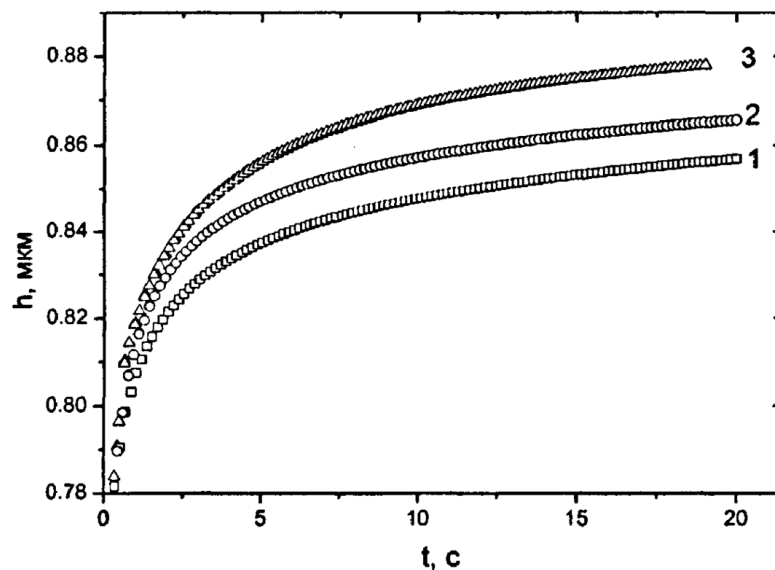


Рисунок 3.13 – Залежності $h(t)$ на стадії повзучості LiF для різних часів досягнення максимальної сили $t_{\text{ф}}$: 1 – 0,01 с; 2 – 0,1 с; 3 – 1 с

За перші 7-8 с руху індентора на стадії повзучості значення h досягали 80-90 % від значень h_{\max} , що остаточно встановилися.

Збільшення швидкості застосування навантаження dP/dt від 24 мН/с до 2,4 Н/с призводило до зменшення h_{\max} на 25-30 нм (4.13), тобто становило до 3-5% від загальної глибини відбитку.

Знання реальної динаміки формування відбитка $h(t)$ дозволяє визначити ряд кінетичних параметрів процесу впровадження індентора і досліджувати їх залежність від dP/dt . Динаміка зміни швидкості впровадження індентора $v(t)$, яка визначається (2.7), для ряду швидкостей навантаження $dP/dt=24$ мН/с; 240 мН/с; 2,4 Н/с представлено на рисунку 3.14.

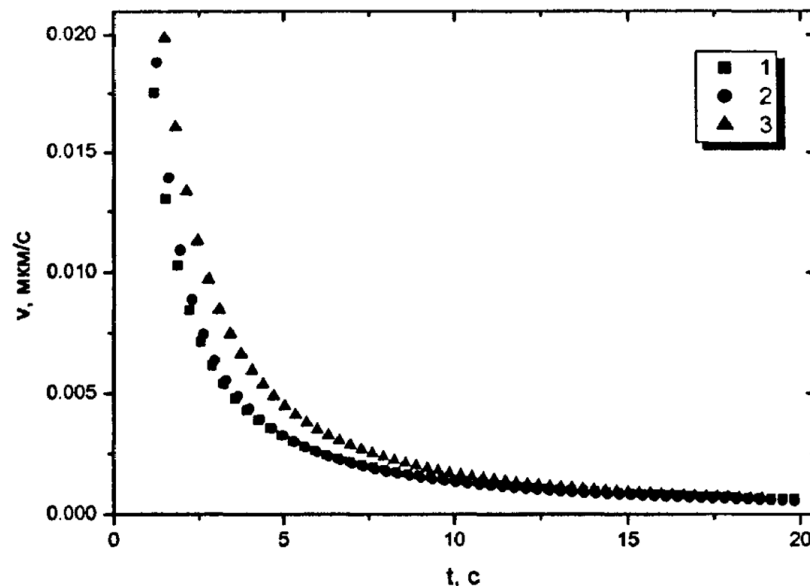


Рисунок 3.14 – Залежність лінійної швидкості $v(t)=dh/dt$ для різних швидкостей досягнення максимальної чинної сили. 1 – $dP/dt=2,4$ Н/с; 2 – $dP/dt=240$ мН/с; 3 – $dP/dt=24$ мН/с. Матеріал – LiF

При цьому в дослідженому діапазоні значень dP/dt за перші 7-8 с значення $v(t)$ досить різко падали і мали суттєві відмінності як у своїй кінетиці, так і в характерних значеннях величини v при даному часі. На наступному етапі – до 20 с, значення $v(t)$ збігалися як по кінетиці, так і за абсолютними значеннями і становили величину близько ~ 1 мкм/мс.

Типові залежності швидкості відносної деформації $\dot{\varepsilon}(t)$ при індентуванні, що визначається за (2.8), представлені на рисунку 3.15.

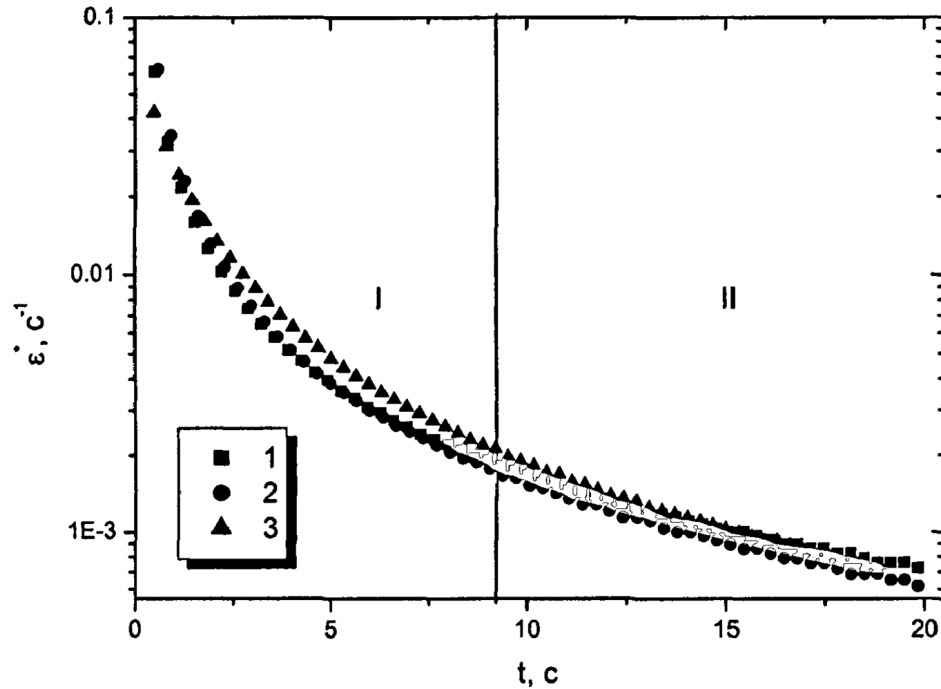


Рисунок 3.15 – Залежність $\dot{\varepsilon}(t)$ для різних швидкостей докладання сили dP/dt , мН/с: 1 – 2400; 2 – 240; 3 – 24. Матеріал – LiF

З цього рисунку видно, що вони мало чутливі до dP/dt як з кінетики, так і абсолютної величини.

Миттєві значення контактної напруги σ під індентором можна визначити за формулою $\sigma=P(t)/A(t)$, де $A(t)$ – площа контакту.

Типові значення для всіх швидкостей навантаження представлені на рисунку 3.16, з якого видно, що значення σ спочатку швидко падають, а потім виходять на насичення, при цьому кінетика $\sigma(t)$ залежить від швидкості навантаження, і зростає зі зростанням величини dP/dt .

Перебудова залежностей $\dot{\varepsilon} = f(t)$ в напівлогарифмічних координатах показує що, на окремих ділянках ці залежності спрямовуються для всіх швидкостей навантаження (рис. 3.15). Це дозволяє припустити експоненційний характер залежності $\dot{\varepsilon} = f(t)$ на окремих етапах повзучості і

ототожнити їх з окремими передекспонентами та показниками експоненти.

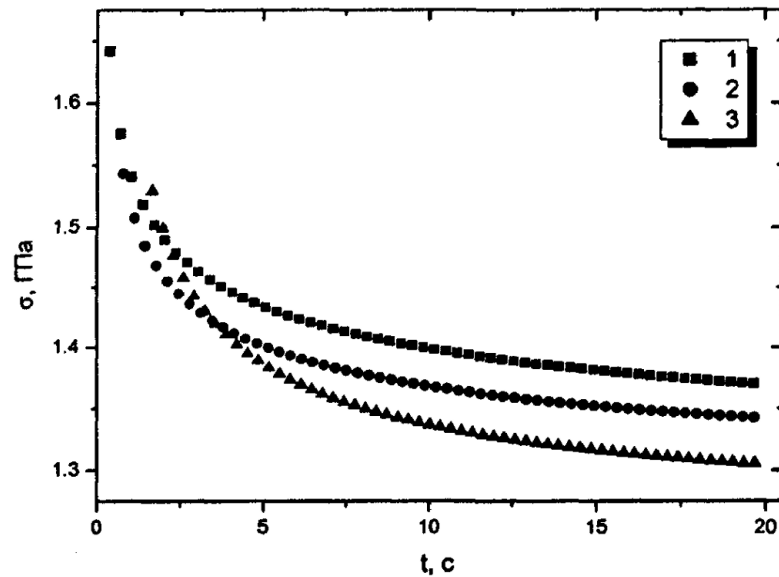


Рисунок 3.16 – Залежність $\sigma(t)$ для різних швидкостей докладання сили. 1 – $dP/dt=2,4$ Н/с; 2 – $dP/dt=240$ мН/с; 3 – $dP/dt=24$ мН/с. Матеріал – LiF

Для кристала LiF у дослідженому діапазоні величин dP/dt можна виділити дві окремі стадії.

Перша стадія має характерний час 7-8 с, де значення величини $\dot{\epsilon}$ змінюються в інтервалі від $0,3 \cdot 10^{-2}$ с⁻¹ до $0,8 \cdot 10^{-2}$ с⁻¹, а $\dot{\epsilon}_0$ має величину порядку $1,2 \cdot 10^{-1}$ с⁻¹. Кінетика цієї стадії істотно залежить від dP/dt (рис. 3.13 та рис. 3.14).

Друга стадія має характерний час $8 \text{ с} < t < 20 \text{ с}$, де значення $\dot{\epsilon}$ змінюються в інтервалі $0,6 \cdot 10^{-3}$ с⁻¹ – $0,3 \cdot 10^{-2}$ с⁻¹, а $\dot{\epsilon}_0$ приймає значення порядку $(0,7-0,6) \cdot 10^{-2}$ с⁻¹. Кінетика цієї стадії практично не залежить від dP/dt (рис. 3.13 та рис. 3.14).

Знання реальної кінетики формування відбитка дає змогу визначити зміну глибини відбитка та частки об'єму матеріалу з-під індентора на кожній з виявлених стадій залежно від швидкості навантаження.

Типові значення глибини відбитка h наведено на рисунку 3.17, з якого випливає, що частка приросту h на I стадії падає, а на II – зростає зі зростанням значення dP/dt .

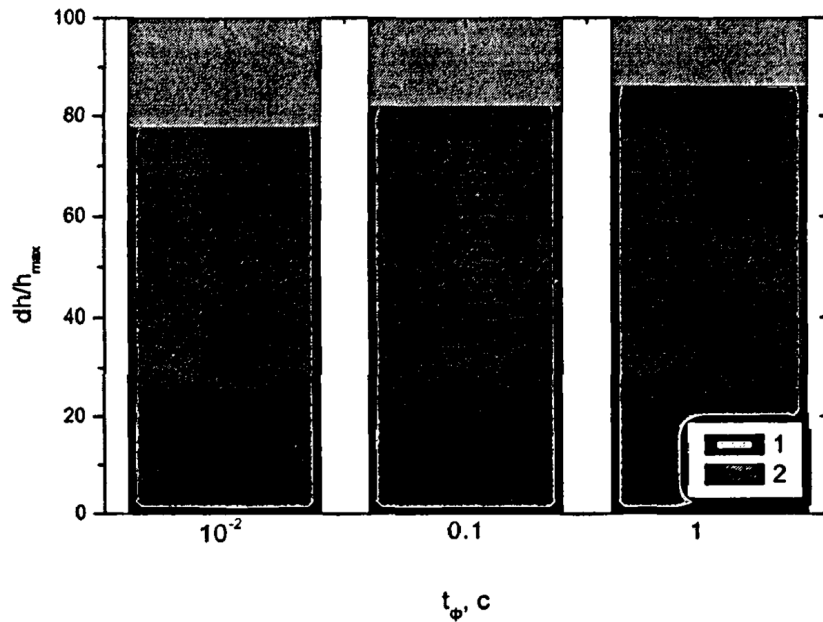


Рисунок 3.17 – Частка деформації кристалів LiF, що реалізується на етапі зростання сили (1) та етапі повзучості (2) залежно від тривалості фази зростання сили, dh – частка глибини, що формується на окремих етапах деформування, h_{\max} – кінцева глибина відбитка. t_{ϕ} – час зростання навантаження

Виходячи з геометрії індентора Берковича, можна визначити частку обсягу, витісненого на I та II стадіях за формулами (3.15) та (3.16):

$$\Delta V_I / V_{\max} = (h_{I\max}^3 - h_{I\min}^3) / h_{\max}^3, \quad (3.15)$$

$$\Delta V_{II} / V_{\max} = (h_{II\max}^3 - h_{II\min}^3) / h_{\max}^3, \quad (3.16)$$

де $\Delta V_I = k_1(h_{I\max}^3 - h_{I\min}^3)$, $\Delta V_{II} = k_1(h_{II\max}^3 - h_{II\min}^3)$, $V_{\max} = k_1 h_{\max}^3$;

h_{\max} – максимальна глибина відбитку;

$h_{I\max}$ та $h_{I\min}$ – максимальна та мінімальна глибина відбитку на I стадії відповідно;

$h_{II\max}$ та $h_{II\min}$ – максимальна та мінімальна глибина відбитку на II стадії відповідно;

k_1 – коефіцієнт, що визначається геометрією індентора.

Перебудова залежностей $h(t)$ з урахуванням прийнятих співвідношень (3.25, 3.16) показують (рис. 3.18) більш помітне зростання частки витісненого обсягу порівняно з глибиною відбитка. У цьому частка витісненого обсягу падає з 20 до 10 %, але в II – зростає від 5 % до 7 %.

Загальний обсяг матеріалу, витіснений на етапі повзучості зменшується з 47 до 37% (рис. 3.18) при зміні швидкості навантаження dP/dt від 24 мН/с до 2,4 Н/с.

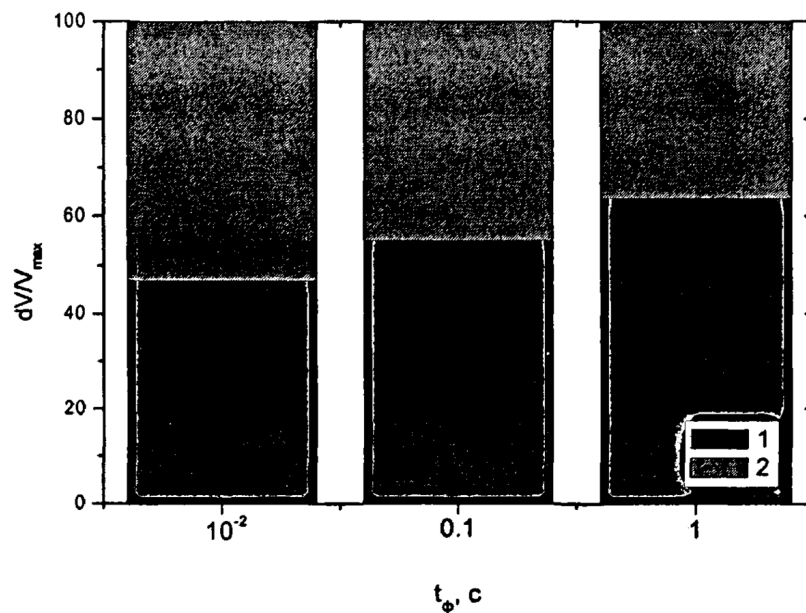


Рисунок 3.18 – Об’єм матеріалу, що витісняється на етапі зростання сили (1) та етапі повзучості (2) на прикладі LiF. dV – частка обсягу матеріалу, витіснена на окремому етапі. V_{\max} – обсяг кінцевого відбитка

Знання реальної кінетики формування відбитка в умовах сталості величини чинної сили дозволяє, поряд з визначенням миттєвих значень величин $\dot{\epsilon}$ і σ , виявляти залежності $\dot{\epsilon}(\sigma)$. Перебудова залежності $\dot{\epsilon} = f(\sigma)$ у напівлогарифмічних координатах (рис. 3.19) виявляє прямолінійні ділянки, які узгоджуються з виявленими стадіями повзучості.

Такий хід залежності $\ln \dot{\epsilon} = f(\sigma)$ дозволяє визначати активаційні параметри. Використовуючи рівняння Арреніуса (3.13) можна виразити величину активаційного обсягу як (3.14).

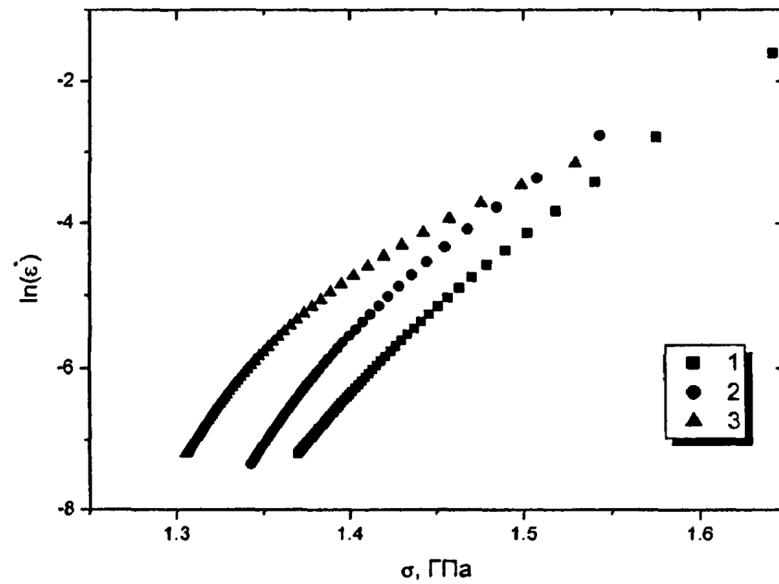


Рисунок 3.19 – Залежності $\ln \dot{\epsilon} = f(\sigma)$ для різних швидкостей застосування навантаження при ідентеруванні LiF. 1 – $t_{\phi}=0,01$; 2 – $t_{\phi}=0,1$ с; 3 – $t_{\phi}=1$ с. t_{ϕ} – час зростання навантаження

Це дозволяє, використовуючи (3.14) визначити величину γ з нахилу залежності $\ln \dot{\epsilon} = f(\sigma)$ при постійній температурі проведення випробування (рис. 3.20).

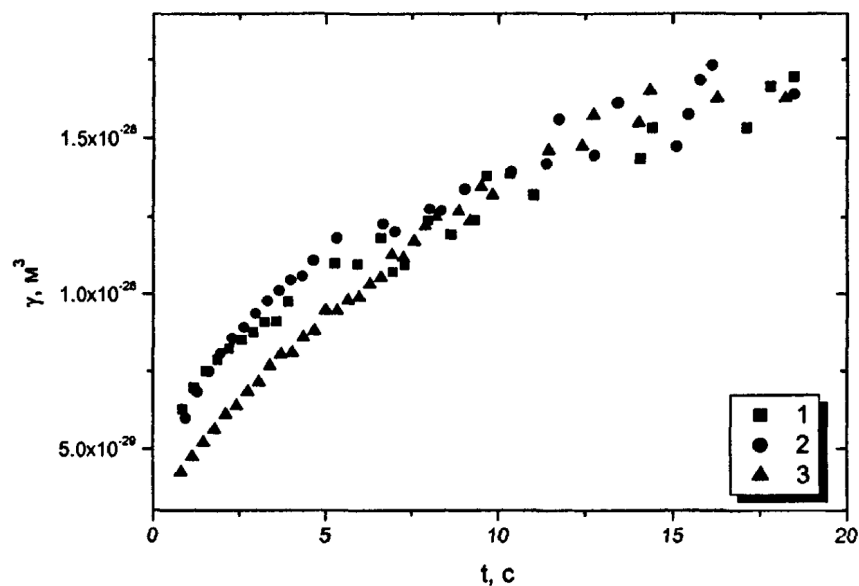


Рисунок 3.20 – Залежність $\gamma(t)$ від часу витримки матеріалу під навантаженням на стадії повзучості, на прикладі LiF. 1 – $t_{\phi}=0,01$ с; 2 – $t_{\phi}=0,1$ с; 3 – $t_{\phi}=1$ с. t_{ϕ} – час зростання навантаження

При цьому на I стадії повзучості величина γ зростає із зростанням часу ідентерування та швидкості навантаження dP/dt від $5 \cdot 10^{-29} \text{ м}^3$ до 10^{-28} м^3 . На другій стадії величина γ виходить на насичення, практично не залежить від швидкості навантаження dP/dt і становить величину порядку $1,5 \cdot 10^{-28} \text{ м}^3$.

Активаційні обсяги десятків-сотень b^3 , де b – вектор Бюргерса ковзних дислокацій, свідчать про деформацію LiF на стадії дії постійної сили переважно дислокаційними механізмами течії.

Вплив швидкості наростання навантаження на динаміку формування відбитка та мікромеханізми пластичності в кристалах LiF може бути спричинений тим, що формування основної частки обсягу відбитка в початковий момент часу обумовлено мікро-механізмами, в яких домінуючу роль відіграють точкові дефекти. Враховуючи, що точкові дефекти менш інерційні, ніж малоатомні кластери, а тим більше дислокації, можна припустити, що зі зростанням швидкості навантаження відбувається швидше розбігання саме точкових дефектів порівняно з дислокаціями. Це може призвести до зростання концентрації точкових дефектів у зоні деформації біля відбитка та гальмування руху дислокацій, якщо швидкість руху дислокацій менша за швидкість переміщення точкових дефектів.

Істотні відмінності у величині на I і II стадіях повзучості, а також вплив швидкості навантаження на перебіг залежності $\gamma=f(t)$ на I стадії можуть свідчити про зміну одного дислокаційного механізму деформації іншим під час переходу від однієї стадії повзучості до іншої. Такий перехід дозволяє припустити зміну механізму, що лімітує рух дислокацій.

Таким чином з дослідження динаміки формування відбитка з високим тимчасовим дозволом та визначення величини γ , з'являється можливість виявлення характерних особливостей деформування матеріалу.

Висновки по розділу

1. Модернізована експериментальна установка оригінальної конструкції, що забезпечує точність вимірювання основних параметрів (за зміщенням індентора і величиною навантаження), що має на три порядки величини кращу часову роздільну здатність (до 50 мкс), ніж у існуючих аналогів.

2. Проведено калібрування приладу та проаналізовано можливі джерела похибок вимірювань та способи їх усунення під час проведення вимірювань. Висока чутливість датчика зміщення веде до того, що коливання середньодобової температури в приміщенні в межах $\pm 0,2^{\circ}\text{C}$ викликає тепловий дрейф індентора зі швидкістю 0,01 нм/с.

3. Наведений аналіз кінетики занурення індентора, після стрибкоподібного застосування навантаження, дозволяє стверджувати, що процес локальної пластичної деформації не носить автотемпературного характеру, а проходить через кілька стадій, що змінюють один одного. Похибка визначення в описаному способі в перші мілісекунди формування відбитка дуже висока і може бути оцінена величиною близько кількох десятків відсотків, на пізніх стадіях вона зменшується до значень $\leq 20\%$.

4. Можна припустити наступну послідовність механізмів масопереносу при індентуванні АМС: на початку – на першій стадії – домінуючою у всіх досліджених сплавах є пружна деформація, яка змінюється на другій моноатомними і на третій – «квазікравіонним» мікромеханізмом масопереноса.

5. Величина активаційного обсягу і особливо її зміни в процесі переходу від другої стадії занурення до третьої виявляються набагато більш чутливими до відсоткового вмісту кобальту в сплаві, ніж межа плинності та статична мікротвердість матеріалу, що відображає зміни у розмірах та морфології атомних кластерів, характерних для даного складу.

РОЗДІЛ 4

СПЕЦІАЛЬНА ЧАСТИНА

4.1 Динаміка формування відбитка та мікромеханізми пластичності при індентуванні ПММА та вплив швидкості навантаження на величину динамічної твердості

Кінетика формування відбитка під дією трапецеїдального імпульсу навантаження досліджена на полімері ПММА за кімнатної температури. Амплітуда навантаження складала 24 мН, а тривалість фронту наростання сили t_f становила 0,01 с; 0,1 і 1 с. Це забезпечувало швидкість навантаження $dP/dt=2,4$ Н/с; 240 мН/с, 24 мН/с, перекриваючи досить широкий інтервал до двох порядків величини. Час витримки індентора на етапі повзучості при постійному навантаженні $P_{\max}=\text{const}$ і кімнатній температурі становив $t_{\max}=20$ с. Для кожної швидкості навантаження індентора було зроблено не менше 10 відбитків, що забезпечувало достатній обсяг даних для кількісної та статистичної обробки результатів.

Перший аналіз отриманих даних показав, що швидкість навантаження dP/dt (або тривалість фронту навантаження t_f при $P_{\max}=\text{const}$) істотно впливає на динаміку і максимальну глибину відбитка, що формується на етапі повзучості (рис. 4.1).

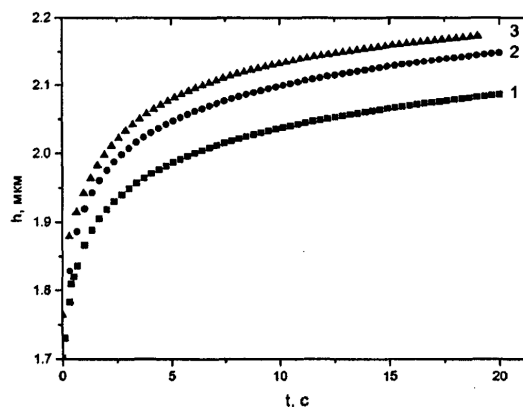


Рисунок 4.1 – Залежність глибини впровадження $h(t)$ на стадії повзучості в ПММА для різних швидкостей навантаження. 1 – $dP/dt=2,4$ Н/с; 2 – $dP/dt=240$ мН/с; 3 – $dP/dt=24$ мН/с

Збільшення швидкості застосування навантаження dP/dt від 24 мН/с до 2,4 Н/с призводило до зменшення h_{\max} на 80-100 нм (рис. 4.1), тобто. становило до 5% від загальної глибини відбитку.

Кінетичні параметри процесу застосування індентора в ПММА в залежності від dP/dt представлені на рисунку 4.2 та рисунку 4.3.

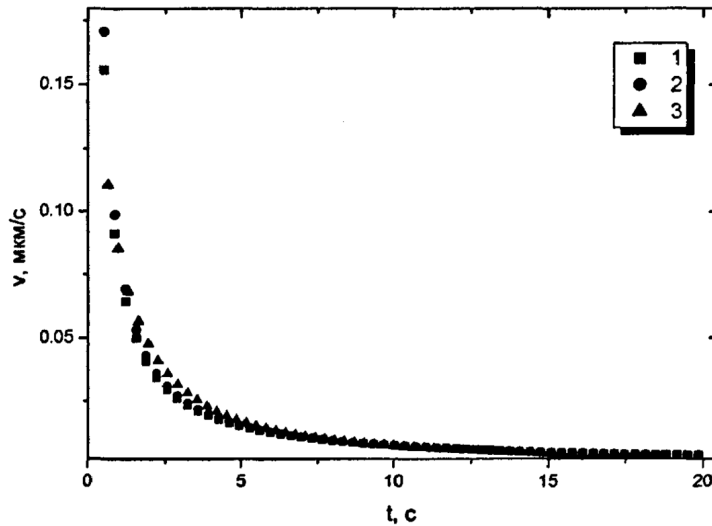


Рисунок 4.2 – Залежність лінійної швидкості $v(t)$ для різних швидкостей навантаження при індентуванні ПММА. 1 – $dP/dt=2,4$ Н/с; 2 – $dP/dt=240$ мН/с; 3 – $dP/dt=24$ мН/с

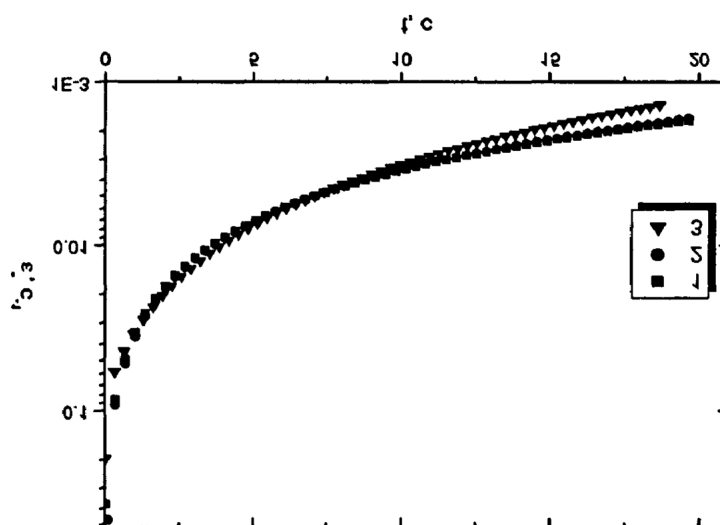


Рисунок 4.3 – Залежність $\dot{\epsilon}(t)$ для різних швидкостей докладання сили при індентуванні ПММА. 1 – $dP/dt=2,4$ Н/с; 2 – $dP/dt=240$ мН/с; 3 – $dP/dt=24$ мН/с

Так, швидкість занурення індентора $v(t)$, подана на рисунку 4.2 залежить від величини dP/dt , що змінюється в інтервалі від 24 мН/с до 2,4 Н/с протягом перших 10-12 с. На наступному етапі вони збігалися як по кінетиці, так і за абсолютними значеннями (рис. 4.2). Величина швидкості відносної деформації $\dot{\varepsilon}(t)$ представлена на рисунку. 4.3, і не виявляє залежності від швидкості навантаження в досліджуваному діапазоні величин dP/dt .

Для ПММА на рисунку 4.4 наведено залежності $\ln \dot{\varepsilon} = f(t)$, які виявляють дві ділянки, мають характер близький до лінійного.

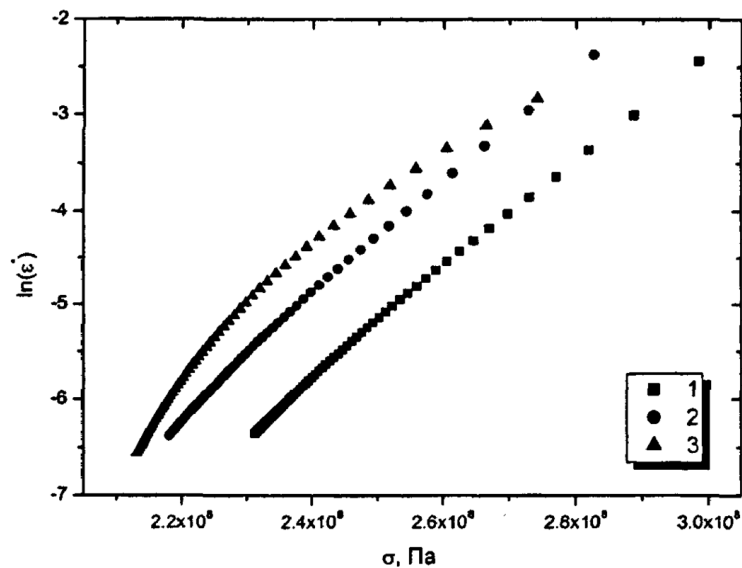


Рисунок 4.4 – Залежності $\ln \dot{\varepsilon} = f(\sigma)$ для ПММА t_{ϕ} : 1 – 0,01; 2 – 0,1 с; 3 – 1 с.

ε – швидкість відносної деформації, σ – контактна напруга під індентором

Ці ділянки можна ототожнити із окремими стадіями етапу повзучості. Перша стадія характеризується часом до 2-3 с, а друга – від 3 до 20 с. Враховуючи експоненційний характер залежності $\dot{\varepsilon}(t)$ і випрямлення залежностей $\ln \dot{\varepsilon} = f(\sigma)$ (рис. 4.4) на виявлених стадіях повзучості дозволяє застосувати рівняння Арреніуса і визначити величину активаційного обсягу γ . Типові значення залежності $\gamma=f(t)$ представлені на рисунку 4.5. При цьому числові значення γ на першій стадії повзучості мають величину порядку 10^{-28} м³, а на другій стадії – зростають до $5 \cdot 10^{-28}$ м³. Враховуючи складний

характер будови макромолекули полімеру можна зіставити величину γ з характерними розмірами макромолекули, а також розмірами окремих бічних груп та іонів, що входять до її складу.

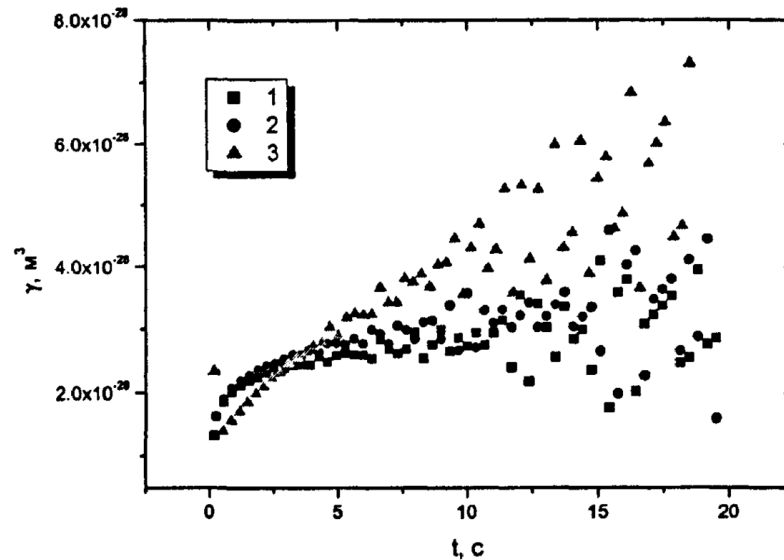
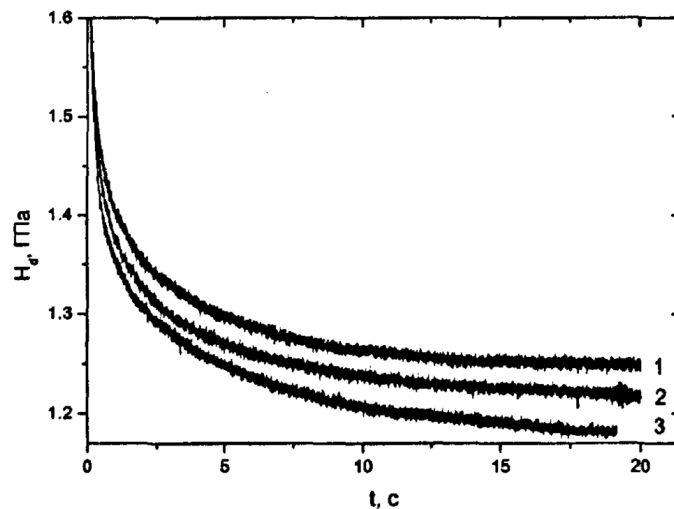


Рисунок 4.5 – Залежність $\gamma(t)$ від часу витримку матеріалу під навантаженням на стадії повзучості, на прикладі ПММА. 1 – $dP/dt=2,4$ Н/с; 2 – $dP/dt=240$ мН/с; 3 – $dP/dt=24$ мН/с

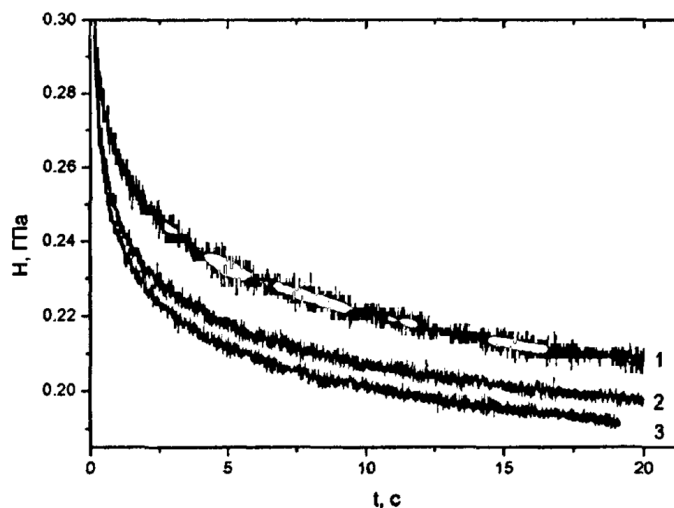
Враховуючи отримані значення можна припустити, що деформація ПММА на I стадії повзучості може відбуватися переважно за рахунок руху бічних груп макромолекули. Збільшення активаційного обсягу на II стадії повзучості свідчить на користь того, що на даному етапі домінуючу роль у пластичній деформації починають грати окремі хребтові ланки макромолекули.

Описані результати свідчать про вплив твердості досліджуваних матеріалів не тільки часу знаходження матеріалу під навантаженням, а й від швидкості навантаження (від t_{ϕ}), особливо, на кінцевих етапах формування відбитка. Величину динамічної твердості в процесі формування відбитка можна визначити як $H=P(t)/A_c(t)$, де A_c – площу проекції визначити як $H=P(t)/A_c(t)$, де A_c – площа проекції пластичного відбитка на поверхню матеріалу в даний момент часу, $P(t)$ – навантаження в цей же час.

На рисунку. 4.6 наведено результати розрахунку твердості для LiF та ПММА, за різних тривалостей фронту імпульсу навантаження ($t_{\phi}=0,01$ с; $t_{\phi}=0,1$ с; $t_{\phi}=1$ с). Залежність $H(t)$ дослідженого діапазону величин t_{ϕ} показує якісно схожий хід залежності – величина твердості падає зі зростанням часу витримки індентора при постійному навантаженні. При цьому зменшення тривалості фронту навантаження призводить до збільшення H матеріалу.



а)



б)

Рисунок 4.6 – Залежність H_d від часу витримки матеріалу під навантаженням на стадії повзучості, на прикладі LiF(а), ПММА(б). 1 – $t_{\phi}=0,01$ с; 2 – $t_{\phi}=0,1$ с; 3 – $t_{\phi}=1$ с. Навантаження на індентор – 24 мН

У LiF вона зростала на 5% при збільшенні dP/dt від 24 до 2,4 Н/с. В ПММА залежність від dP/dt була виражена слабше. Зміни H наприкінці етапу повзучості становили кілька відсотків (до 3 %) при зміні швидкості навантаження у тому ж діапазоні dP/dt .

У напівлогарифмічних координатах криві $H=f(t)$ наприкінці етапу повзучості апроксимуються для обох матеріалів лінійною залежністю з похибкою $\delta H < 10\%$ (рис. 4.7). Як впливає з наступного рисунку, нахил залежностей $H(t)$ дещо різний. Отже, саме ПММА має велику схильність до зміцнення за рахунок впливу t_ϕ . Тим часом, з макроскопічних вимірювань відомо, що аморфні полімери, до яких відноситься і ПММА, лише розміцнюються при навантаженні. Отриманий результат свідчить про суттєву відмінність механічних властивостей макроскопічних об'ємних зразків та поверхневих шарів у субмікрооб'ємах.

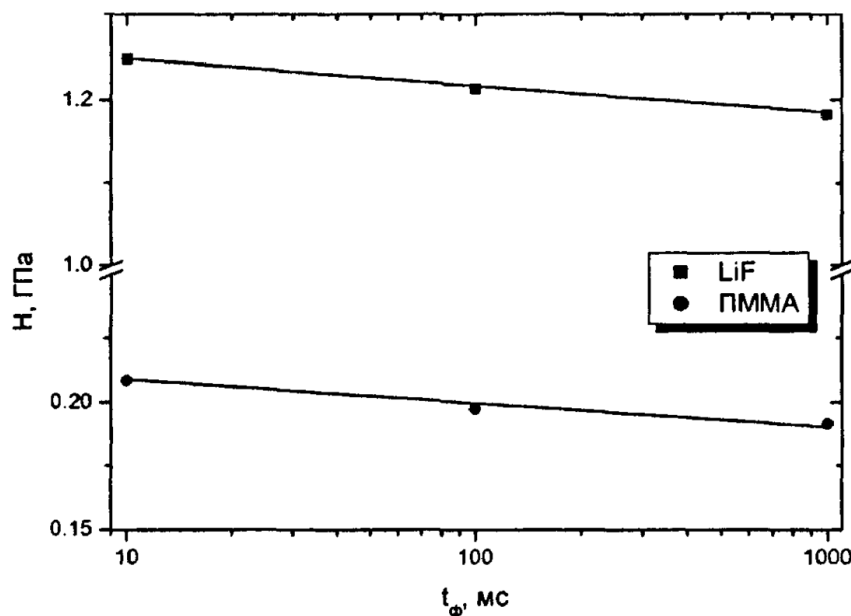


Рисунок 4.7 – Залежність величини твердості H наприкінці етапу повзучості від t_ϕ

Кількісно залежні від часу властивості твердості прийнято оцінювати величиною m – швидкісної чутливості твердості до швидкості відносної деформації $m = d(\ln H) / d(\ln \dot{\epsilon})$.

На рисунку 4.8 наведено залежність динамічної твердості LiF від швидкості відносної деформації в описаних умовах. При цьому співвідношення величини нахилу залежності $H = f(\dot{\epsilon})$ у подвійних логарифмічних координатах, що характеризують величину m , мають різні значення на кожній із виявлених стадій етапу повзучості.

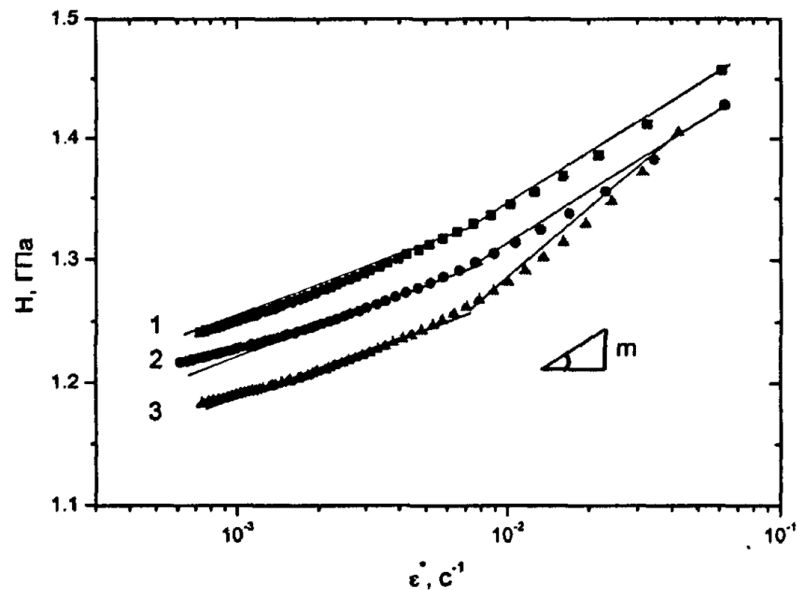


Рисунок 4.8 – Залежність динамічної твердості LiF від швидкості відносної деформації для різних t_{ϕ} . 1 – $t_{\phi}=0,01$ с; 2 – $t_{\phi}=0,1$ с; 3 – $t_{\phi}=1$ с

Так, для LiF на I стадії величина m істотно залежала від dP/dt і становила: $m_I=0,062$ для $dP/dt=24$ мН/с; $m_I=0,047$ для $dP/dt=240$ мН/с; $m_I=0,046$ для $dP/dt=2,4$ Н/с. Для II стадії величина m практично не залежала від dP/dt і становила $m_{II}=0,028$. Для ПММА на I стадії: $m_I=0,1$ для $dP/dt=24$ мН/с; $m_I=0,08$ для $dP/dt=240$ мН/с; $m_I=0,068$ для $dP/dt=2,4$ Н/с. Для II стадії m практично не залежала від dP/dt і становила 0,068.

Така істотна відмінність у значеннях коефіцієнта m на різних стадіях повзучості також може бути наслідком зміни домінуючих механізмів пластичної деформації при переході від I до II стадії формування відбитка.

4.2 Дослідження механічних властивостей із використанням методики, основаної на аналізі відгуку матеріалу на ступінчасто-зростаючий імпульс сили

Попередні результати дозволяють розділити роль швидкісного і масштабного фактора у формуванні числа твердості, виділити окремі стадії в процесі формування відбитка при сталості величини діючої сили, виявити вплив «швидкості навантаження на кінетику його формування. Однак з'ясувати кінетику формування відбитка, наявність стадійності його формування та мікромеханізмів при різних значеннях глибини відбитка, причому при формуванні одного відбитка, можна тільки із застосуванням методики ступінчасто-наростаючого навантаження. Саме ця методика дозволяє досліджувати кінетику та мікромеханізми формування відбитка на різних етапах (глибинах) його формування, при незмінній середній швидкості навантаження індентора.

Дослідження проводилися за кімнатної температури на матеріалах, що сильно відрізняються одна від одної своєю внутрішньою будовою та механічними властивостями: іонні кристали (LiF), кераміки на основі ZrO_2 та полімери (ПММА).

Величина амплітуди прикладеної сили вибиралася, виходячи з механічних властивостей досліджуваних матеріалів під час попередніх експериментів, і становила величину $P_{max}=125-280$ мН. При цьому максимальна глибина приросту відбитку на окремій сходинці навантаження для кристалів LiF була <1 мкм. Це дозволило дослідити ділянку деформації при наростанні сили на одну сходинку в нанометровій шкалі розмірів зміни глибини відбитка.

Для дослідження динаміки формування відбитка при різних значеннях швидкостей навантаження час досягнення P_{max} варіювався в інтервалі t_n від 0,2 до 20 с. Таким чином, забезпечувалася середня швидкість навантаження $dP/dt=P_{max}/t_n$ в діапазоні від 6,2 мН/с до 1,1 Н/с. Це забезпечувало

дослідження в діапазоні зміни dP/dt більш як на два порядки величини. При цьому весь етап наростання сили розбивався на 8-10 сходинок із рівними по амплітуді значеннями величини приросту діючої сили P_i , тобто $\Delta P_1 = \Delta P_2 = \Delta P_3 = \dots = \Delta P_n = P_{\max}/n$. Тут $\Delta P_1, \Delta P_2, \Delta P_3, \Delta P_n$ – амплітуда зміни величини чинної сили на кожній сходинці, n – кількість сходинок. Типові значення $P(t)$ та $h(t)$ у вказаному діапазоні швидкостей навантаження для всіх досліджених матеріалів показані на рисунках 4.9 (а, б, в, г).

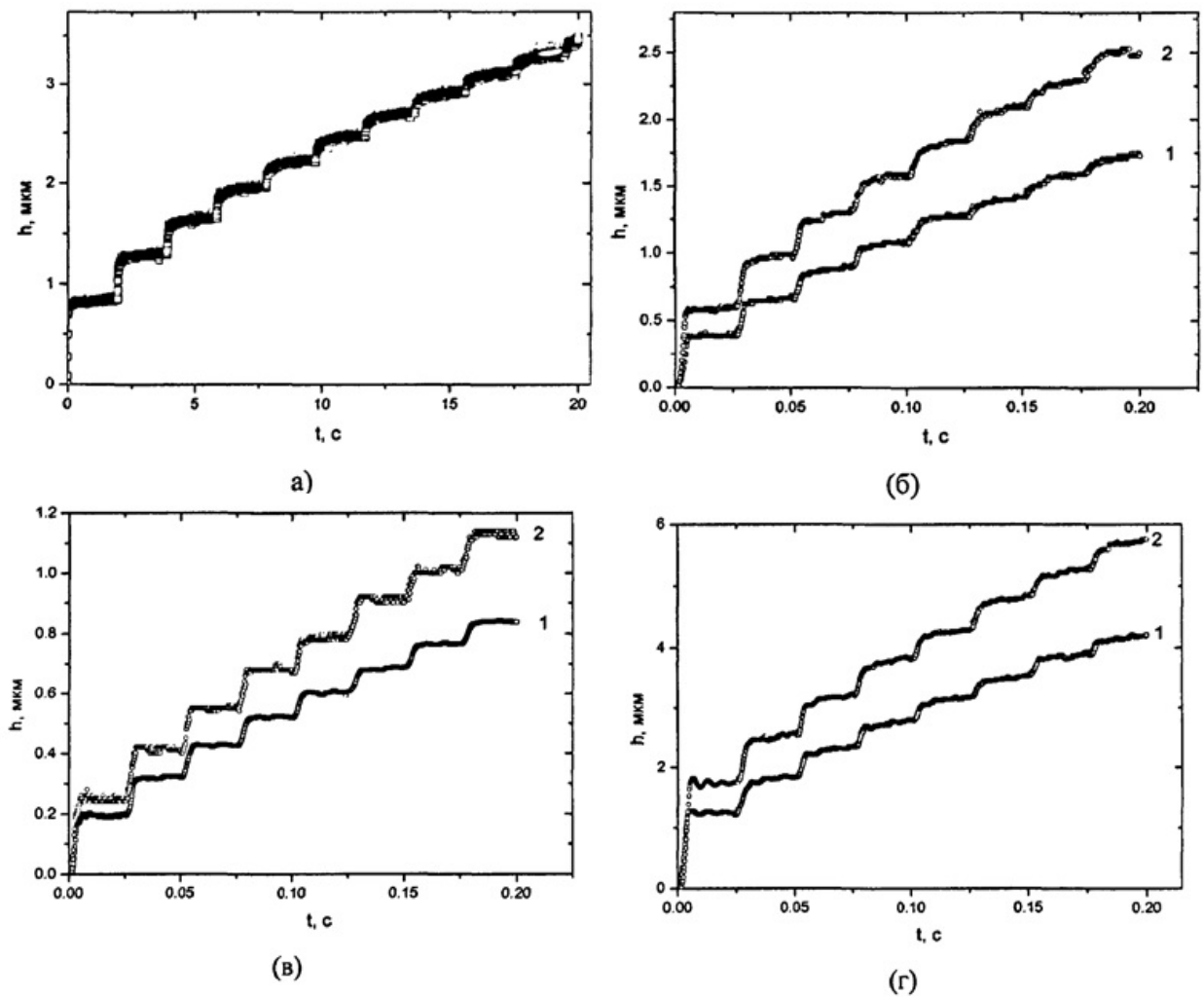


Рисунок 4.9 – Кінетика формування відбитка при індентуванні ступінчасто-наростаючим навантаженням, а) LiF – $dP/dt=12,5$ мН/с; б) LiF: 1 – $dP/dt=625$ мН/с, 2 – $dP/dt=1,1$ Н/с; в) ZrO₂: 1 – $dP/dt=625$ мН/с, 2 – $dP/dt=1,1$ Н/с; г) ПММА: 1 – $dP/dt=625$ мН/с, 2 – $dP/dt=1,1$ Н/с

Отримані залежності $h(t)$ мають якісно схожий характер для всіх досліджених матеріалів та швидкостей навантаження, але при цьому відрізняються як за амплітудою, так і за кінетикою формування відбитка.

Так, h_{\max} зменшується зі зростанням твердості досліджених матеріалів і становить для швидкості навантаження $dP/dt=625$ мН/с в кристалах LiF величину порядку 1,5 мкм, ZrO_2 – $\sim 0,8$ мкм, ПММА – ~ 4 мкм.

Для швидкості навантаження $dP/dt=1,1$ Н/с у ПММА значення максимальної глибини – $h_{\max} \sim 6$ мкм; LiF $h_{\max} \sim 2,5$ мкм; ZrO_2 $h_{\max} \sim 1,1$ мкм.

Разом з тим, кінетика формування відбитка залежить і від номера сходинки сили, що наростає. При цьому максимальна глибина на сходинці Δh зменшується зі зростанням номера сходинки для всіх досліджених матеріалів та швидкостей навантаження (рис. 4.10-4.11).

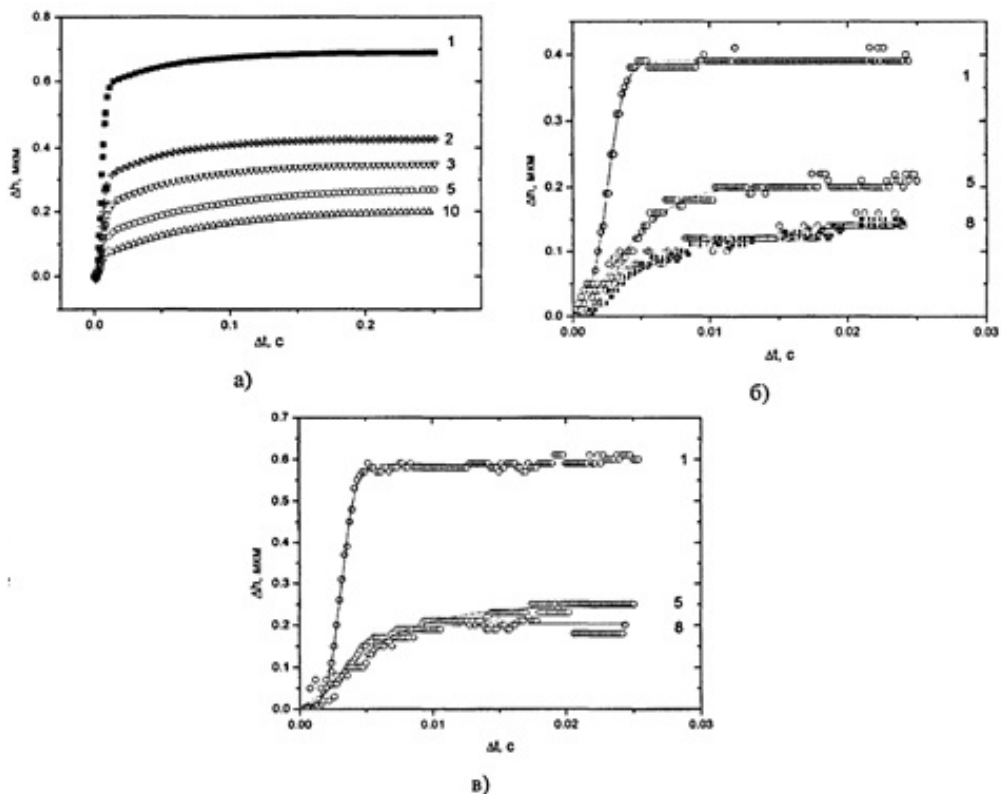
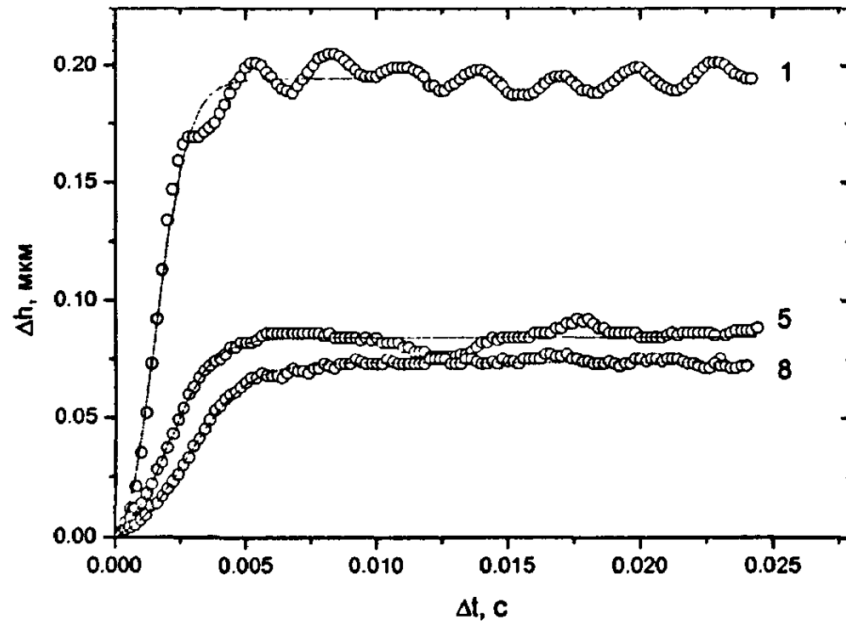
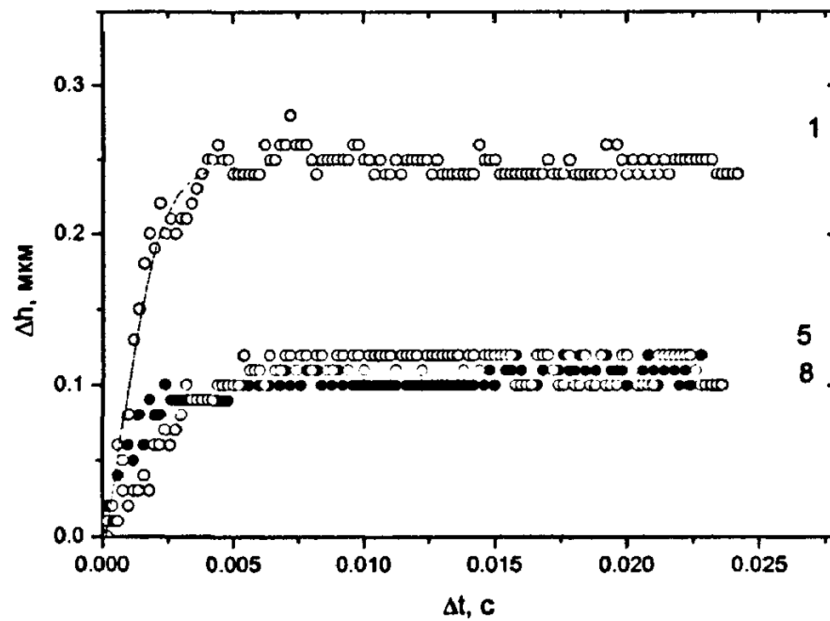


Рисунок 4.10 – Динаміка формування відбитка при індентуванні LiF ступінчасто-наростаючим навантаженням на різних ступенях навантаження (цифрами 1, 2, 3, 5, 8, 10 позначені ступені навантаження), Δh – зміна глибини, Δt – час на окремій стадії навантаження. а) $dP/dt=6,2$ мН/с; б) $dP/dt=625$ мН/с; в) $dP/dt=1,1$ Н/с



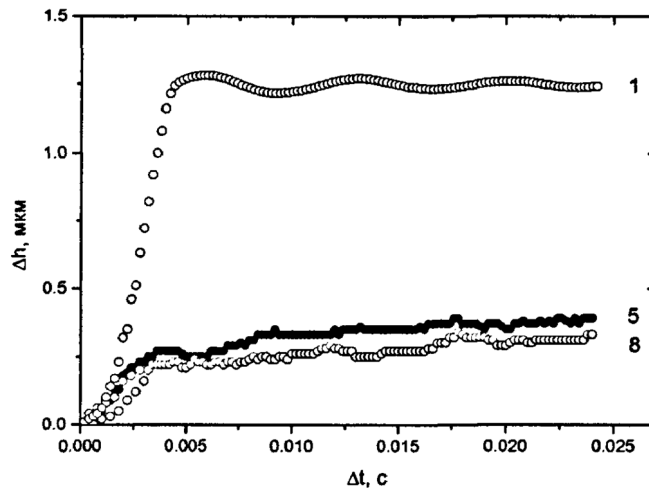
а)



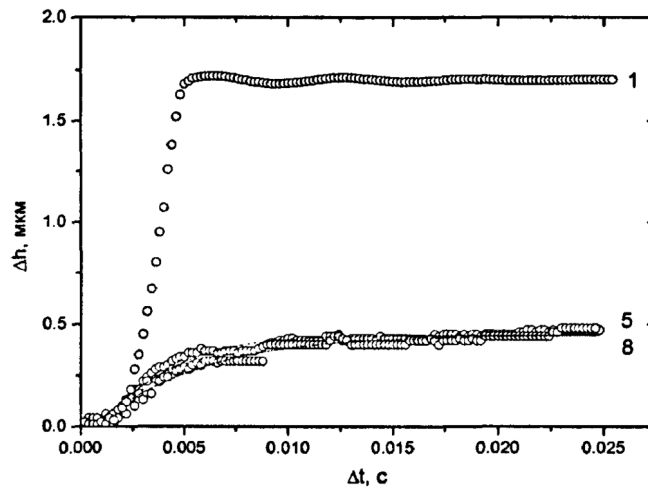
б)

Рисунок 4.11 – Динаміка формування відбитка при індентуванні ZrO_2 ступінчасто-наростаючим навантаженням на різних ступенях навантаження (цифри 1, 5, 8 позначені ступені навантаження), Δh – зміна глибини, Δt – час на окремій стадії навантаження. а) $dP/dt=625$ мН/с; б) $dP/dt=1,1$ Н/с

На рисунку 4.12 показана динаміка формування відбитка при індентуванні ПММА ступінчасто-наростаючим навантаженням на різних ступенях навантаження.



а)



б)

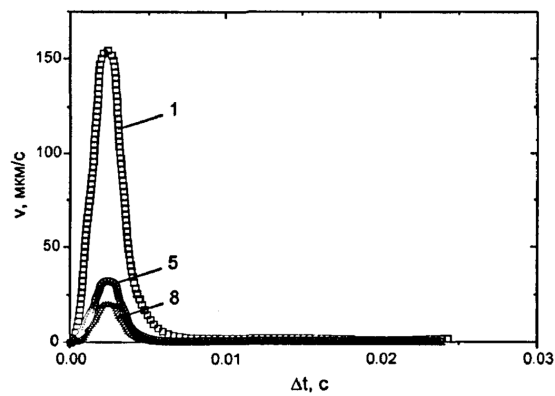
Рисунок 4.12 – Динаміка формування відбитка при індентуванні ПММА ступінчасто-наростаючим навантаженням на різних ступенях навантаження (цифри 1, 5, 8 позначені ступені навантаження). Δh – зміна глибини, Δt – час на окремій стадії навантаження. а) $dP/dt=625$ мН/с; б) $dP/dt=1,1$ Н/с

Так для кристалів LiF при середній швидкості навантаження $dP/dt=6,2$ мН/с зміна максимальної глибини на першій та останній сходинці становить 0,7 мкм та 0,2 мкм; при $dP/dt=625$ мН/с, $\Delta h=0,4$ мкм та 0,14 мкм, відповідно; при $dP/dt=1,1$ Н/с, $\Delta h=0,6$ мкм та 0,2 мкм (рис. 4.11). Для ZrO_2 при $dP/dt=625$ мН/с, $\Delta h=0,2$ мкм та 0,07 мкм відповідно; при $dP/dt=1,1$ Н/с, $\Delta h=0,25$ мкм та 0,1 мкм відповідно (рис. 4.11). Для ПММА при $dP/dt=625$ мН/с, $\Delta h=1,2$ мкм та 0,3 мкм відповідно; при $dP/dt=1,1$ Н/с, відповідно, $\Delta h=1,8$ мкм та 0,5 мкм

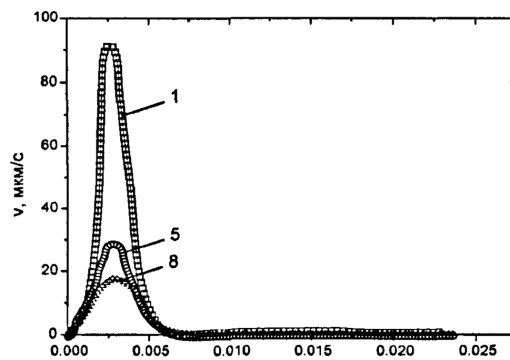
(рис. 4.12).

Проведені дослідження динаміки впровадження індентора в цих умовах дозволили визначити кінетичні (v , $\dot{\epsilon}$) та силові (σ) параметри процесу формування відбитка.

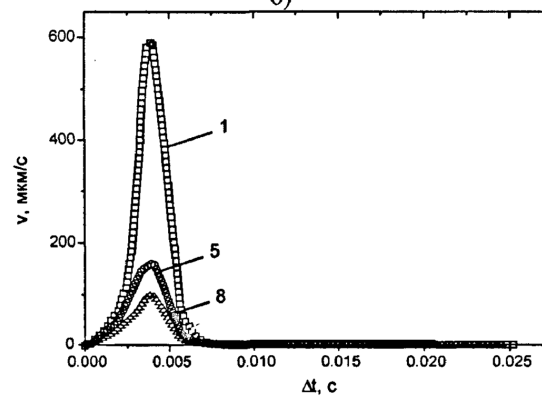
Так лінійна швидкість, що визначається співвідношенням (2.7) представлена на рисунку 4.13.



a)



б)



в)

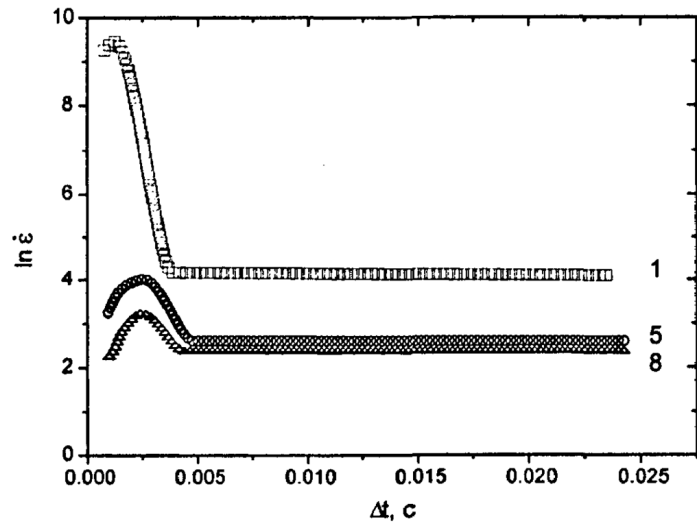
Рисунок 4.13 – Залежність швидкості застосування v індентора на окремій ступені Δt для різних ступенів навантаження (1, 5, 8). а) LiF ($dP/dt=625$ мН/с); б) ZrO_2 ($dP/dt=625$ мН/с); в) ПММА ($dP/dt=625$ мН/с)

При цьому можна відзначити зростання швидкості впровадження індентора на початку кожної сходинки, потім досить швидке її зменшення та практично повний збіг швидкостей на заключних етапах окремої сходинки. Така залежність характерна всім дослідженим матеріалів LiF (рис. 4.13, а), ZrO₂ (рис. 4.13, б), ПММА (рис. 4.13, в). Разом з тим, кінетика зміни швидкості та її амплітуда залежать від номера сходинки, швидкості навантаження dP/dt та властивостей досліджуваного матеріалу (рис. 4.13).

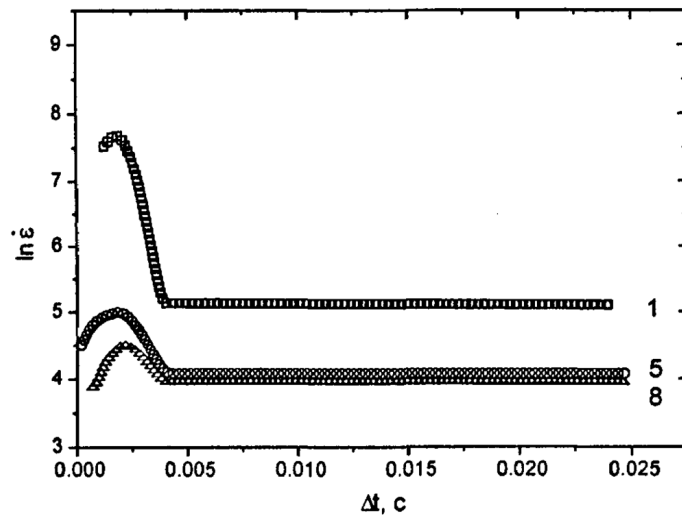
Приміром, для ПММА при $dP/dt=625$ мН/с амплітуда швидкості впровадження індентора V_{max} змінюється під час переходу від першої сходинки до останньої від 50 до 600 мкм/с, тобто більш ніж порядок величини (рис. 4.13, в). Для LiF за $dP/dt=625$ мН/с V_{max} змінюється відповідно від 20 до 150 мкм/с (рис. 4.13, а). Для ZrO₂ за $dP/dt=625$ мН/с V_{max} змінюється відповідно від 20 до 90 мкм/с (рис. 4.13, б).

Величина швидкості відносної деформації $\dot{\epsilon}$ для всіх досліджених матеріалів при $dP/dt=625$ мН/с (рис. 4.14). При цьому кінетика і величина $\dot{\epsilon}$ залежить від типу досліджуваного матеріалу, номера сходинки прикладеного навантаження і величини dP/dt . Так для ZrO₂ при $dP/dt=625$ мН/с, величина $\dot{\epsilon}$ варіюється від 10^4 до 10 с⁻¹; для LiF і ПММА від 10^3 до 10 с⁻¹.

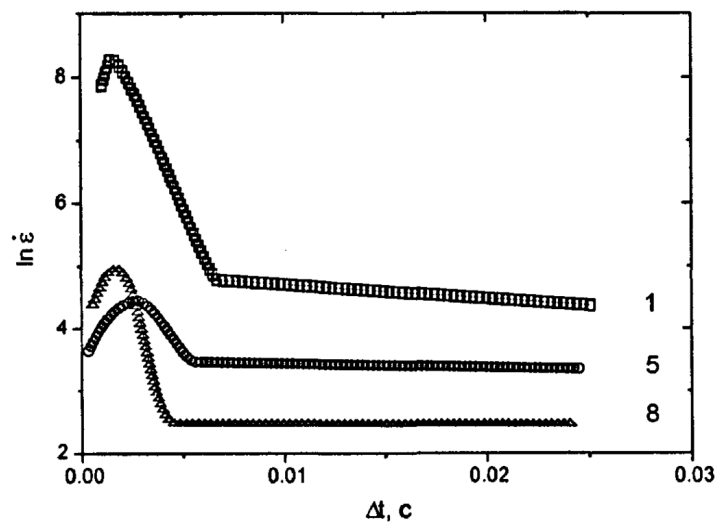
Розмір контактних напруг σ показано на рисунку 4.15. З нього випливає, що на перших сходинках величина контактної напруги сильно зменшується, прагнучи насичення починаючи з 2-4 сходинки в залежності від типу досліджуваного матеріалу та швидкості прикладеного навантаження. При цьому на кожній новій сходинці спочатку відбувається збільшення значень σ , яке знижується, прагнучи деякого значення насичення в кінці ступеня. Зі зростанням номера сходинки і зменшенням dP/dt величина зростання значень контактної напруги $\Delta\sigma$ закономірно падає для всіх матеріалів.



а)



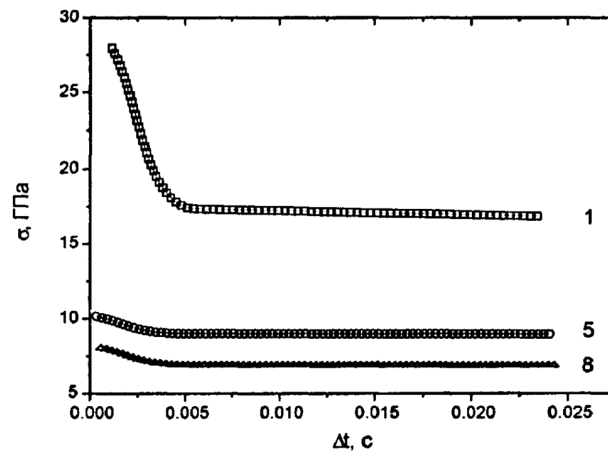
б)



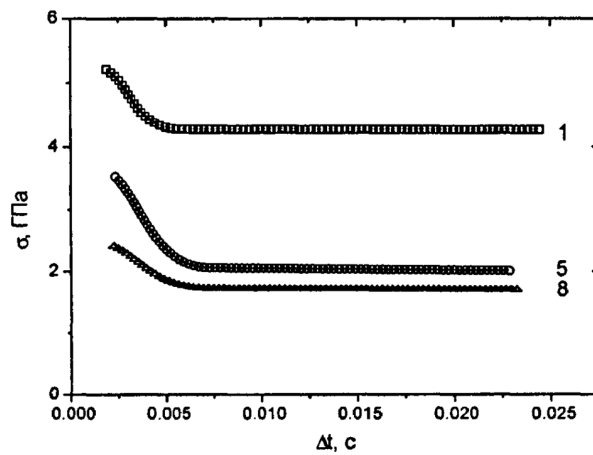
в)

Рисунок 4.14 – Залежність швидкості відносної деформації $\dot{\epsilon}$ від часу Δt на різних ступенях індентування (1, 5, 8). (а) – ZrO_2 , (б) – LiF , (в) – ПММА

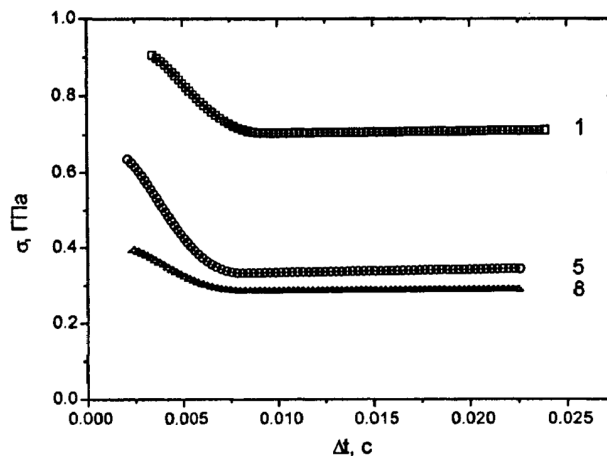
Залежність середніх контактних напруг σ від часу Δt при $dP/dt=625$ мН/с на різних ступенях навантаження показана на рисунку 4.15.



а)



б)

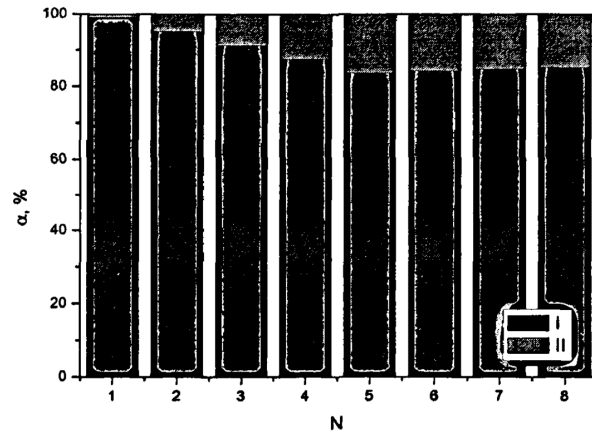


в)

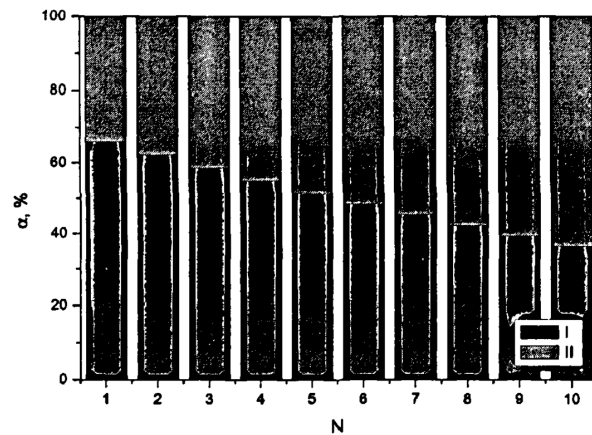
Рисунок 4.15 – Залежність середніх контактних напруг σ від часу Δt при $dP/dt=625$ мН/с на різних ступенях навантаження (1, 5, 8). (а) – ZrO₂, (б) – LiF, (в) – ПММА

Перебудова кінетичних залежностей $\dot{\epsilon} = f(t)$ у напівлогарифмічних координатах (рис. 4.14) показує, що кінетика формування відбитка для всіх досліджених матеріалів на окремих сходинках відбувається в кілька стадій, що мають експоненціальний характер, і відрізняються характерними часами, передекспонентами (рис. 4.10 – 4.13) та силовими (рис. 4.15) параметрами. Так, при $dP/dt=625$ мН/с для всіх досліджених матеріалів при загальному часі навантаження 0,2 с виявлено до трьох окремих стадій. При цьому перша стадія характеризується ростом $\dot{\epsilon}$, v та σ і займає: для ZrO_2 час $t_I \sim 1-2$ мс, для LiF – $t_I \sim 2$ мс, для ПММА – $t_I \sim 2,5$ мс (залежно від номера сходинки) (рис. 4.14). Друга та третя стадії характеризуються зменшенням v , $\dot{\epsilon}$ і σ і становлять для ZrO_2 – друга від 1-2 мс до 4-5 мс, третя – $t_{III} > 4-5$ мс; для LiF – друга від 2 мс до 5 мс, третя – $t_{III} > 5$ мс; для ПММА – друга від 2 мс до 6 мс, третя – $t_{III} > 6$ мс (залежно від номера сходинки). Наведені дані свідчать про неавтономність формування відбитка при ступінчасто-наростаючому навантаженні і формуванні відбитка в дещо чітко відмінних стадій.

Для всіх виявлених стадій можна визначати частку зміни величини витісненого об'єму dV/V_{max} на кожній із виявлених стадій, де dV – частка об'єму, що витісняється, V_{max} – максимальний об'єм витісненого матеріалу на окремій сходинці. Так при $dP/dt=625$ мН/с величина dV/V зменшується зі зростанням номера сходинки і становить ZrO_2 величину від 98 до 85 %, LiF – від 65 до 35 %, для ПММА – від 65 до 60 % (рис. 4.16).



а)



б)

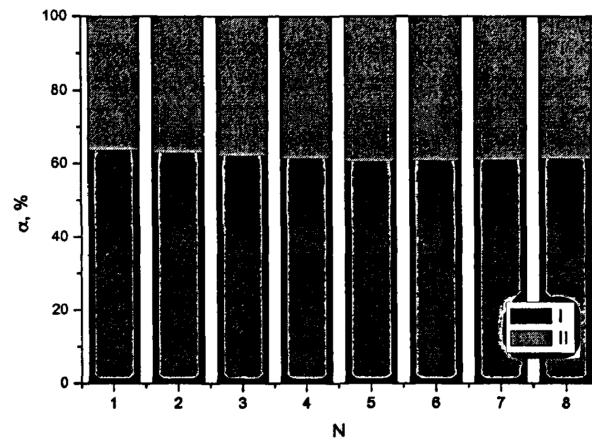


Рисунок 4.16 – Частка витісненого об'єму на I та II стадіях залежно від номера ступеня. $dP/dt=625$ мН/с, (а) – ZrO_2 , (б) – LiF , (в) – ПММА

Висновки по розділу

1. Показано, що повзучість у LiF обумовлена дислокаційними мікромеханізмами, а пластична деформація ПММА – рухом сегментів хребта макромолекули. У LiF вона зростала на 5% при збільшенні dP/dt від 24 до 2,4

Н/с. В ПММА залежність від dP/dt була виражена слабше.

2. Відмінності у величині γ на різних стадіях повзучості (LiF), а також вплив швидкості навантаження на хід залежності $\gamma=f(t)$ на I стадії повзучості свідчить про зміну одного дислокаційного механізму іншим при переході від I до II стадії пластичності. Такий перехід дозволяє припустити зміну механізму, що лімітує рух дислокацій.

3. Виявлено залежність динамічної твердості на обох стадіях повзучості від швидкості застосування навантаження. Так, для LiF на I стадії величина m істотно залежала від dP/dt і становила: $m_I=0,062$ для $dP/dt=24$ МН/с; $m_I=0,047$ для $dP/dt=240$ МН/с; $m_I=0,046$ для $dP/dt=2,4$ Н/с. Для II стадії величина m практично не залежала від dP/dt і становила $m_{II}=0,028$. Для ПММА на I стадії: $m_I=0,1$ для $dP/dt=24$ МН/с; $m_I=0,08$ для $dP/dt=240$ МН/с; $m_I=0,068$ для $dP/dt=2,4$ Н/с. Для II стадії m практично не залежала від dP/dt і становила 0,068.

4. Виявлено, що на кожному етапі сталості величини прикладеної сили при ступінчасто-наростаючому навантаженні відбиток формується в кілька стадій (до 3-х, залежно від типу матеріалу, навантаження та швидкості навантаження, часу індентерування), що відрізняються характерними часами, кінетичними та активаційними параметрами. Таким чином, забезпечувалася середня швидкість навантаження $dP/dt=P_{max}/t_H$ в діапазоні від 6,2 МН/с до 1,1 Н/с.

5. Показано, що початкові стадії обумовлені пластичною деформацією за рахунок моноатомних мікромеханізмів масопереносу, які потім змінюються для ZrO_2 стадіями скорельованого руху окремих атомів (краудіонна пластичність); для LiF – дислокаційними стадіями, а для ПММА – стадіями, де визначальну роль відіграє, мабуть, пластичність, обумовлена зміщенням та деформацією великих сегментів молекул або окремих бічних ланок молекул полімеру. Так при $dP/dt=625$ МН/с величина dV/V зменшується зі зростанням номера сходинки і становить ZrO_2 величину від 98 до 85 %, LiF – від 65 до 35 %, для ПММА – від 65 до 60 %.

ЗАГАЛЬНІ ВИСНОВКИ ТА РЕКОМЕНДАЦІЇ

1. Практична неможливість збільшення часу моделювання (або числа частинок) до реалістичних значень робить проблематичним прогнозування сил тертя та зносу на реальних умовах у наноконтактах. У типових модельних експериментах зразок моделюється набором паралельних атомних площин (зазвичай 10-20) при загальній кількості атомів поверхні до 10^6 . При цьому загальна кількість атомів індентора становить зазвичай 10-100, а тимчасова роздільна здатність може бути доведена до 10^{-12} с.

2. Встановлено, що через локалізації швидкопротікаючої деформації в субмікронних об'ємах, у плямах контакту навіть при дуже малих навантаженнях виникають високі контактні напруги, що індукують структурні зміни, генерацію та зростання структурних дефектів різного рівня, що веде до руйнування, або, навпаки, до зміцнення контактної поверхні. Для методики ударного навантаження характерно те, що при динамічних випробуваннях діапазон швидкостей деформації становить $10-10^6$ с⁻¹, тоді як при статичних – $10^{-6}-10^{-1}$ с⁻¹, а за деякими оцінками час життя одиничної плями контакту при кінетичному терті обчислюється мікросекундами.

3. Наноіндентування займає проміжне положення між АСМ і макроскопічними методами і може бути використане для моделювання елементарних актів контактної взаємодії в нано-і мікрометровому масштабі розмірів плями контакту.

4. Пропоновані методи динамічного мікро- і наноіндентування засновані на безперервній реєстрації переміщення жорсткого індентора і сили, що викликає це переміщення, у широкому діапазоні навантажень (1 мН – 400 мН) різноманітної форми (прямокутної, трапецеїдальної, ступінчасто-наростаючої) і швидкостей нагрівання в інтервалі 14 мН/с до 1,1 Н/с при швидкодії системи реєстрації до $2 \cdot 10^4$ відліків в секунду при часі індентування до 100 с.

5. Модернізована експериментальна установка оригінальної конструкції, що забезпечує точність вимірювання основних параметрів (за зміщенням індентора і величиною навантаження), що має на три порядки величини кращу часову роздільну здатність (до 50 мкс), ніж у існуючих аналогів.

6. Проведено калібрування приладу та проаналізовано можливі джерела похибок вимірювань та способи їх усунення під час проведення вимірювань. Висока чутливість датчика зміщення веде до того, що коливання середньодобової температури в приміщенні в межах $\pm 0,2^\circ\text{C}$ викликає тепловий дрейф індентора зі швидкістю 0,01 нм/с.

7. Таким чином, наведений аналіз кінетики занурення індентора, після стрибкоподібного застосування навантаження, дозволяє стверджувати, що процес локальної пластичної деформації не носить автотемпературного характеру, а проходить через кілька стадій, що змінюють один одного. Похибка визначення в описаному способі в перші мілісекунди формування відбитка дуже висока і може бути оцінена величиною близько кількох десятків відсотків, на пізніх стадіях вона зменшується до значень $\leq 20\%$.

8. Можна припустити наступну послідовність механізмів масопереносу при індентуванні АМС: на початку – на першій стадії – домінуючою у всіх досліджених сплавах є пружна деформація, яка змінюється на другій моноатомними і на третій – «квазікращіонним» мікромеханізмом масопереноса.

9. Величина активаційного обсягу і особливо її зміни в процесі переходу від другої стадії занурення до третьої виявляються набагато більш чутливими до відсоткового вмісту кобальту в сплаві, ніж межа плинності та статична мікротвердість матеріалу, що відображає зміни у розмірах та морфології атомних кластерів, характерних для даного складу. Таким чином з дослідження динаміки формування відбитка з високим тимчасовим дозволом та визначення величини γ , з'являється можливість виявлення характерних особливостей деформування матеріалу.

10. Показано, що повзучість у LiF обумовлена дислокаційними мікромеханізмами, а пластична деформація ПММА – рухом сегментів хребта макромолекули. У LiF вона зростала на 5% при збільшенні dP/dt від 24 до 2,4 Н/с. В ПММА залежність від dP/dt була виражена слабше.

11. Відмінності у величині γ на різних стадіях повзучості (LiF), а також вплив швидкості навантаження на хід залежності $\gamma=f(t)$ на I стадії повзучості свідчить про зміну одного дислокаційного механізму іншим при переході від I до II стадії пластичності. Такий перехід дозволяє припустити зміну механізму, що лімітує рух дислокацій.

12. Виявлено залежність динамічної твердості на обох стадіях повзучості від швидкості застосування навантаження. Так, для LiF на I стадії величина m істотно залежала від dP/dt і становила: $m_I=0,062$ для $dP/dt=24$ мН/с; $m_I=0,047$ для $dP/dt=240$ мН/с; $m_I=0,046$ для $dP/dt=2,4$ Н/с. Для II стадії величина m практично не залежала від dP/dt і становила $m_{II}=0,028$. Для ПММА на I стадії: $m_I=0,1$ для $dP/dt=24$ мН/с; $m_I=0,08$ для $dP/dt=240$ мН/с; $m_I=0,068$ для $dP/dt=2,4$ Н/с. Для II стадії m практично не залежала від dP/dt і становила 0,068.

13. Виявлено, що на кожному етапі сталості величини прикладеної сили при ступінчасто-наростаючому навантаженні відбиток формується в кілька стадій (до 3-х, залежно від типу матеріалу, навантаження та швидкості навантаження, часу індентування), що відрізняються характерними часами, кінетичними та активаційними параметрами. Таким чином, забезпечувалася середня швидкість навантаження $dP/dt=P_{max}/t_H$ в діапазоні від 6,2 мН/с до 1,1 Н/с.

14. Показано, що початкові стадії обумовлені пластичною деформацією за рахунок моноатомних мікромеханізмів масопереносу, які потім змінюються для ZrO_2 стадіями скорельованого руху окремих атомів (краудіонна пластичність); для LiF – дислокаційними стадіями, а для ПММА – стадіями, де визначальну роль відіграє, мабуть, пластичність, обумовлена зміщенням та деформацією великих сегментів молекул або окремих бічних

ланок молекул полімеру. Так при $dP/dt=625$ мН/с величина dV/V зменшується зі зростанням номера сходинки і становить ZrO_2 величину від 98 до 85 %, LiF – від 65 до 35 %, для ПММА – від 65 до 60 %.

ПЕРЕЛІК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. Гаврилюк Д. В., Мельниченко М. М., Жук Я. О. Нанорозмірні плівки: особливості структури та методики наноіндентування. *Прикладна механіка*. Київ: Інститут механіки ім. С.П. Тимошенка НАН України, 2022. Т. 58, № 5. С. 52-60.
2. Гайдамак О. Л., Матвійчук В. А., Колісник М. А. Підвищення службових характеристик поверхневого шару деталей шляхом застосування поверхневого пластичного деформування і газодинамічного напилення. *Вібрації в техніці та технологіях*. Вінниця: Вінницький національний аграрний університет, 2020. № 2 (97). С. 90-100.
3. Галанов Б. О., Іванов С. М., Картузов В. В. Розширена характеристика матеріалів на основі неперервних діаграм інструментального індентування. *Наукові нотатки*. Луцьк: ЛНТУ, 2021. Вип. 71. С. 268-276.
4. Гунько І. В., Паладій М. С. Оцінка пластичності поверхневого шару металу при обкочуванні деталей циліндричної форми кулькою. *Вісник машинобудування та транспорту*. Вінниця: ВНТУ, 2022. Вип. 15. С. 58-66.
5. Д'яченко Ю., Воронько І., Шапар С., Воронько В. Методика розрахунку технологічних параметрів поверхнево-пластичного деформування деталей літака ударно-барабанним способом. *Grail of Science*. Вінниця: ГО «Європейська наукова платформа», 2024. С. 213-225.
6. Дикса В. В., Лапченко Ю. С. Експериментальна установка для вимірювання часових залежностей характеристик матеріалів та її калібрування. *Актуальні проблеми автоматизації та управління: матер. XIII-ої Міжнар. наук.-практ. інтернет-конф.* (м. Луцьк, 28 лист. 2025 р.). Вип. 13. Луцьк: ЛНТУ, 2025. С. 177-183.
7. Іванкова О. В., Велит І. А., Бартош В. Ю. Дослідження застосування технології поверхневого деформування при відновленні зношених деталей сільськогосподарської техніки. *Modern scientific researches*. Karlsruhe: Sergeieva&Co, 2021. Випуск 15, том 1. С. 29-33.

8. Коржов І. М., Кравченко Я. О., Борисенко Є. А. Аналіз основних складових похибки визначення твердості за методом Брінелля з використанням оптичних систем. *Збірник наукових праць Харківського національного університету Повітряних Сил*. Харків: Харківський національний університет Повітряних Сил імені Івана Кожедуба, 2021. № 4(70). С. 105-113.
9. Подолянчук С. В., Кулак А. М., Осіпчук Т. О. Використання методів пластичного деформування для виготовлення та декорування виробів з металу. *Проектування змісту і технологій художньо-графічної підготовки та художньо-творчої діяльності здобувачів вищої освіти (студентів) і молодих учених*. Вінниця: ТОВ «Меркьюрі-Поділля», 2024. Вип. 3. С. 73-75.
10. Espinoza Wilson F., Zhang Fengshou, Dai Sheng. Impacts of temperature on the mechanical properties of Longmaxi shale outcrops using instrumented nanoindentation. *Geomechanics for Energy and the Environment*. 2022. P. 789-807.
11. Kourbani H., Bogtob S., Samiri A., Hassani A., Hasnaoui A. Thermal nanoindentation of (3C) silicon carbide 3C-SiC using molecular dynamics simulation. *Solid State Communications*. 2025. P. 403-423.
12. Mahmoud Zaid, Al-Salman H. N. K., Kianfar Ehsan. Nanoindentation: Introduction and applications of a non-destructive analysis. *Nano TransMed*. 2024. P.1-516.
13. Pshyk O., Nakonechna O., Coy E. Current View of Nanoindentation: Recent Developments and Application in Material Characterization. *ACS Applied Materials & Interfaces*. 2025. V. 17 (25). P. 314-331.
14. Sun Y., Wang X., Chen H., Liu P. Nanoindentation-Induced Deformation Mechanisms in Sintered Silver: A Multiscale Study Combining Experimental and Molecular Dynamics Simulations. *Crystals*. 2025. P. 620-636.
15. Xiangdong J., Kunming H., Zhan L., Zhenyu F. Plastic Deformation Behavior of Metal Materials: A Review of Constitutive Models. *Metals*. 2022. Sin. 12 (12). P. 2077-2089.

16. Yankovskii A. P. Modeling of thermoelastoplastic deformation of reinforced plates. I. Structural model of the reinforced medium. *Мат. методу та фіз.-мех. поля.* 2021. Т. 64, No. 1. С. 137-148.

17. Zhou R., Huang C., Srikanth N. Nanoindentation behavior in T-carbon thin films: a molecular dynamics study. *Acta Mech.* 2025. Sin. 41. P. 124-132.