

ОПРЕДЕЛЕНИЕ НАНОТВЕРДОСТИ ПРИ ФИКСИРОВАННОМ РАЗМЕРЕ ОТПЕЧАТКА ТВЕРДОСТИ ДЛЯ УСТРАНЕНИЯ МАСШТАБНОГО ФАКТОРА

Ю.В. Мильман¹, А.А. Голубенко¹, С.Н. Дуб²

¹*Институт проблем материаловедения НАН Украины, Киев, Украина*

E-mail: milman@ipms.kiev.ua; тел./факс +38(044)424-30-61;

²*Институт сверхтвердых материалов НАН Украины, Киев, Украина*

E-mail: lz@isv.kiev.ua

Сравнение нанотвердости различных материалов или одного материала в различных структурных состояниях для устранения масштабной зависимости твердости ISE (Indentation Size Effect) предлагается проводить не при нагрузке $P = const$, а при одинаковом размере отпечатка твердости, характеризуемом некоторым фиксированным значением перемещения индентора h_ϕ , или пересчитывать на этот фиксированный размер. Для определения нанотвердости H_ϕ при h_ϕ предложена формула: $H_\phi = H \left(\frac{h_\phi}{h} \right)^{m-2}$,

где m – константа в соотношении Мейера $P \sim h^m$. Такой подход позволяет более корректно сопоставлять величины твердости материалов, полученные при разных нагрузках. В работе исследован 21 материал, определены и рассчитаны параметры, характеризующие ISE, а также рассчитана нанотвердость при фиксированном значении перемещения индентора h_ϕ .

ВВЕДЕНИЕ

Современные стандартные методы механических испытаний (на растяжение, сжатие и изгиб) не всегда позволяют полностью характеризовать механические свойства новых высокопрочных материалов в связи с малым размером образцов, а также их недостаточной пластичностью при комнатной температуре.

Для определения и характеристики механических свойств хрупких и малопластичных материалов широко используются всевозможные методы индентирования. Индентирование является также наиболее распространенным методом изучения механических свойств покрытий. Однако следует отметить, что сравнение и сопоставление полученных подобными методами данных не всегда является корректным, в связи с использованием различных нагрузок на индентор и наличием масштабной зависимости твердости (Indentation Size Effect – ISE).

В последнее время широкое распространение получило инструментальное индентирование (с записью кривой нагрузка – перемещение индентора), что позволило изучать механические свойства материалов в нанобъемах. Подобный метод столкнулся с тем, что величина твердости возрастает с уменьшением нагрузки на индентор, что наиболее резко проявляется при малых нагрузках. ISE проявляется одновременно как повышение нанотвердости и снижение характеристики пластичности (определенной при индентировании) при уменьшении размера отпечатка нанотвердости [1–15].

В отличие от стандартных механических испытаний (например, при растяжении, когда в некоторых материалах происходит разрушение испытываемого образца) при индентировании

макроскопического разрушения образца не происходит, и, как следствие, разрушение не влияет на масштабный фактор во время индентирования. По этим причинам физическая природа масштабного фактора прочности проявляется лучше при наноиндентировании и в более «чистых» условиях, чем при механических испытаниях. При стандартных механических испытаниях влияния масштабного фактора на механические свойства при сравнении различных материалов или материала в различных структурных состояниях удается избежать, испытывая образцы одинакового размера. С этих позиций определение твердости H следовало бы производить при одинаковой диагонали или глубине отпечатка твердости h [16]. Однако реально при измерении твердости задается нагрузка на индентор P , а размер отпечатка и величина твердости определяются не только свойствами материала, но и зависят от масштабного фактора.

Поэтому целесообразным является стандартизация измерения нанотвердости в том плане, что она должна определяться при некотором фиксированном размере отпечатка или пересчитываться на этот фиксированный размер.

Авторами рассмотрена возможность избежать влияния масштабного фактора на величину нанотвердости путем ее пересчета на стандартный (фиксированный по глубине или диагонали) размер отпечатка.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

В данной работе был исследован широкий круг материалов с различной атомной структурой и характером межатомных связей (таблица). В основном – это совершенные монокристаллы или поликристаллические материалы высокой чистоты.

Инструментальное индентирование проводили с использованием прибора Nano Indenter II, MTS Systems, USA с алмазным индентором в виде трёхгранной пирамиды Берковича. Нанотвёрдость и

модуль Юнга рассчитывали по методике Оливера и Фара [17]. Значения модуля Юнга в большинстве случаев совпадали с табличными значениями.

Значения перемещения индентора h и нанотвёрдости H при максимальной нагрузке на индентор P ; константы m (см. (7)), n (см. (8a)), i (см. (10a)) и величина нанотвёрдости H_ϕ , пересчитанная для фиксированного перемещения индентора h_ϕ согласно уравнению (12). Характеристики пластичности δ_H приведены по реальному значению H и по H_ϕ (при $h_\phi = 100$ нм для керамик и $h_\phi = 1000$ нм для металлов)

Материал	P_{\max} , мН	E , ГПа	h_{\max} , нм	H , ГПа	m	n	i	H_ϕ , ГПа, при $h_\phi = 100$ нм	H_ϕ , ГПа, при $h_\phi = 1000$ нм	δ_H , по H	δ_H , по H_ϕ	h_ϕ , нм
BeO*	10	400	181,5	12,8	1,58	-0,27	-0,42	16,5	6,2	0,77	0,70	$h_\phi = 100$ нм
TiN ^o	50	440	394,3	24,6	1,72	-0,16	-0,28	36,2	18,9	0,60	0,41	
Si ₃ N ₄ **	50	324	415,3	24,3	1,67	-0,20	-0,33	39,0	18,2	0,54	0,26	
NbC*	50	550	404,8	25,2	1,82	-0,10	-0,18	32,5	21,4	0,64	0,54	
NbC*	50	550	359,3	31,3	1,65	-0,21	-0,35	48,9	21,9	0,55	0,31	
ZrN*	50	400	400,7	24,3	1,65	-0,21	-0,35	39,7	17,6	0,57	0,31	
TiB ₂ **	50	540	308,2	44,1	1,63	-0,22	-0,37	66,7	28,6	0,42	0,16	
WC*	50	700	310,6	39,8	1,59	-0,26	-0,41	63,6	24,5	0,62	0,35	
LaB ₆ *	50	439	336,6	38,7	1,53	-0,30	-0,46	68,0	23,3	0,34	0,04	
β -SiC*	50	460	323,2	44,3	1,70	-0,17	-0,30	62,8	31,6	0,29	0,09	
ZrC**	50	480	386,0	26,4	1,63	-0,22	-0,37	43,3	18,6	0,57	0,31	
B ₄ C ^o	10	500	123,3	48,9	1,64	-0,22	-0,36	52,8	22,8	0,23	0,19	
Al ₂ O ₃ *	10	409	144,9	33,3	1,64	-0,22	-0,36	38,0	16,6	0,41	0,33	
MgO*	50	310	584,0	9,46	1,74	-0,15	-0,26	15,1	8,2	0,76	0,79	$h_\phi = 1000$ нм
W*	10	420	301,3	6,10	1,85	-0,08	-0,15	7,2	5,1	0,91	0,93	
Mo*	50	324	931,2	3,21	1,71	-0,17	-0,29	6,1	3,1	0,94	0,95	
Cr*	50	279	1025,3	2,63	1,66	-0,20	-0,34	5,7	2,6	0,95	0,95	
Nb**	50	104	1460,2	1,26	1,84	-0,08	-0,16	1,9	1,3	0,96	0,96	
Ta**	50	185	1259,2	1,74	1,75	-0,14	-0,24	3,2	1,8	0,96	0,96	
Cu*(111)	62,5	170	2100,8	0,66	1,72	-0,16	-0,28	1,6	0,8	0,98	0,97	
Al**	120	70	3148,0	0,66	1,73	-0,16	-0,27	1,7	0,9	0,96	0,95	

*Монокристалл; **поликристалл; ^o – отдельное зерно.

ФЕНОМЕНОЛОГИЧЕСКОЕ ОПИСАНИЕ МАСШТАБНОЙ ЗАВИСИМОСТИ ТВЕРДОСТИ

В работах [10, 11, 18, 19] пластическая деформация материала при индентировании описывается ротационной моделью Л.М. Брауна, при этом пластическое течение рассматривается как сдвиг вдоль полукруглых поверхностей скольжения с центром в вершине индентора. При таком механизме деформации возникают геометрически необходимые дислокации (Geometrically Necessary Dislocations – GNDs), приводящие к деформационному упрочнению. ISE объясняется в этой модели увеличением плотности дислокаций в связи с уменьшением размера отпечатка и движением дислокаций по меньшему кругу скольжения. Выражение для масштабного фактора, полученное в этой модели для индентора Виккерса:

$$H = A^* \alpha^* G b \left(\rho_0 + \frac{ctg\gamma}{bd} \right)^{1/2}, \quad (1)$$

где H – твёрдость по Мейеру; A^* – отношение твердости (нормального напряжения под индентором) к пределу текучести, для металлов $A^* \approx 3$, $\alpha^* \approx 1/3$; G – модуль сдвига; b – вектор Бюргера дислокации; ρ_0 – исходная плотность дислокаций; d – диагональ отпечатка и γ – угол между гранью и осью пирамидального индентора.

В наиболее известной и часто используемой модели Никса и Гао [4] предполагается, что индентирование сопровождается формированием дислокационных петель геометрически необходимых дислокаций с вектором Бюргера b , нормальным к поверхности образца. Принимая во внимание как геометрически необходимые, так и статистически распределенные дислокации, было получено выражение:

$$\frac{H}{H_0} = \sqrt{1 + \frac{\rho_G}{\rho_S}} = \sqrt{1 + \frac{h_0}{h}}, \quad (2)$$

где H_0 – твердость в отсутствие геометрически необходимых дислокаций; ρ_G – плотность геометрически необходимых дислокаций; ρ_S – плот-

ность статистически распределенных дислокаций и h_0 – размерный параметр зависимости ρ_s через H_0 .

Учитывая, что $d \sim h$, можно переписать уравнения (1) и (2) в виде

$$H^2 = C \left(1 + \frac{C_1}{h} \right), \quad (3)$$

где C и C_1 – const.

Зависимость подобного типа была подтверждена в некоторых работах [4, 5], хотя во многих случаях зависимость $H^2 \sim \frac{1}{h}$ имеет билинейный характер, а величины констант C и C_1 могут существенно отличаться от теоретических значений.

Вероятно, приведенные модели являются довольно удачным, но только первым, приближением к дислокационному механизму деформации при индентировании, тем более что механизмы деформации могут существенно отличаться для различных кристаллических и некристаллических материалов.

По этой причине трудно использовать приведенные выше уравнения для пересчета твердости и нанотвердости с одной нагрузки на индентор на другую.

В настоящей работе рассматривается более общий феноменологический подход к ISE, не требующий знания дислокационного механизма деформации при индентировании. В этом подходе используется неоднократно подтвержденная в экспериментах [16, 20–23] эмпирическая степенная зависимость $P \sim h^m$ (где $m \approx const$), и природа масштабной зависимости твердости обсуждается в связи с соотношением упругой ε_e и пластической ε_p деформаций материала под индентором.

Известно, что при индентировании материалов коническими и пирамидальными инденторами общая деформация

$$\varepsilon_t = \varepsilon_e + \varepsilon_p \approx const. \quad (4)$$

При этом в дальнейшем мы обсуждаем средние значения деформации на контактной площадке индентор–образец в направлении действия нагрузки. При индентировании выполняется закон Гука в виде [24]

$$\varepsilon_e = (1 - \nu - 2\nu^2) \frac{H}{E}, \quad (5)$$

где H – твердость по Мейеру,

$$H = \frac{P}{S} = \frac{\alpha P}{h^2}, \quad (6)$$

где P – нагрузка на индентор; S – площадь проекции отпечатка твердости; E – модуль Юнга; ν – коэффициент Пуассона; h – глубина внедрения индентора и α – коэффициент формы индентора.

При уменьшении размера отпечатка твердости (или при снижении нагрузки P) пластическая деформация ε_p под индентором затрудняется и снижается. Затруднение пластической деформации обусловлено ростом плотности дислокаций, затруднением в работе дислокационных источников, а также уменьшением средней длины пробега дислокации. В то же время упругая деформация ε_e

определяется законом Гука (5) вне зависимости от размера отпечатка. При использовании пирамидальных инденторов $\varepsilon_t \approx const$ и определяется углом γ при вершине индентора между осью пирамиды и ее гранью. Поэтому затруднение пластической деформации и снижение величины ε_p в соответствии с (4) приводят к росту ε_e и, следовательно, согласно (5) – к увеличению твердости [14, 25].

Соотношение $P \sim h^m$ представим в виде

$$P = K \left(\frac{h}{h_0} \right)^m, \quad (7)$$

где K – const; h_0 – перемещение индентора, равное 1, в используемой системе единиц. Для нанотвердости целесообразно принять $h_0 = 1$ нм. Значение показателя степени m обычно несколько ниже 2 [16]. В работах [20–22] показано, что параметр m линейно снижается при увеличении отношения H/E , где E – модуль Юнга. Поскольку при снижении нагрузки на индентор нанотвердость существенно увеличивается, то это может быть одной из причин небольшого уменьшения m при снижении нагрузки P .

Используя выражения (6) и (7), получаем

$$H = K_1 \cdot P^n, \quad (8)$$

где

$$n = 1 - \frac{2}{m} \quad (8a)$$

($n < 0$, т. е. твердость H снижается с ростом нагрузки

P), а $K_1 = \frac{\alpha \cdot K^{2/m}}{h_0^2} \approx const$.

Существенно отметить, что соотношение (8) обычно достаточно хорошо выполняется для монокристаллов. Для поликристаллов возможно использование этого выражения, если размер отпечатка твердости меньше размера зерна [23]. При более мелком размере зерна длина плоскости скольжения определяется его размером D , который должна учитывать масштабная зависимость твердости [26]. При измерении нанотвердости соотношение $h \ll D$ выполняется для большинства материалов, что позволяет использовать выражение (8) для описания масштабной зависимости нанотвердости.

Кроме зависимостей (1)–(3) в литературе принято также характеризовать ISE степенной зависимостью $H = f(h)$ [5, 23, 27]:

$$H = Ah^i, \quad (9)$$

где A и i – const.

Используя уравнения (6) и (7), получаем

$$A = \frac{\alpha \cdot K}{h_0^m} \quad (10)$$

и

$$i = m - 2 \quad (10a)$$

В соответствии с [27] экспериментальное значение i для разных материалов варьируется от -0,12 до -0,32.

Ранее авторами было исследовано изменение нанотвердости H в зависимости от величины

нагрузки P на примере монокристаллической меди Cu (111) (рис. 1).

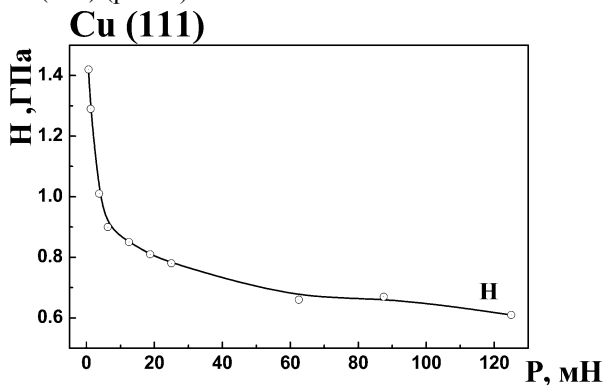


Рис. 1. Влияние нагрузки на индентор P на величину нанотвердости H в монокристалле меди (111) [25]

Из этого рисунка видно, что снижение нагрузки P приводит к значительному росту H . Особенно сильно это явление проявляется при $P < 6$ мН ($h < 500$ нм).

Резкая зависимость нанотвердости от величины нагрузки P и глубины внедрения индентора h ставит вопрос о необходимости для практических целей иметь методику пересчета нанотвердости с одной нагрузки на другую. Целесообразным также является стандартизация измерения нанотвердости в том плане, что она должна определяться при некотором фиксированном размере отпечатка или пересчитываться на этот фиксированный размер.

Для пересчета нанотвердости с одной нагрузки P_1 на другую нагрузку P_2 может быть использовано соотношение, полученное в [16] для микротвердости:

$$H_2 = H_1 \left(\frac{P_2}{P_1} \right)^n \quad (11)$$

(Это соотношение легко получить из приведенного в настоящей работе выражения (8).)

Константа m может быть определена как $m = \frac{d \log P}{d \log h}$, если твердость определяли при различных нагрузках P . Константу m можно также приближенно определить по одной кривой нагружения в координатах $P-h$, если представить ее в виде $P = K^* \cdot h^{m^*}$, и записать эту кривую при достаточно большой максимальной нагрузке P .

Для определения нанотвердости H_ϕ при фиксированном значении размера отпечатка h_ϕ может быть использовано соотношение (9), из которого получаем:

$$H_\phi = H \left(\frac{h_\phi}{h} \right)^i \quad (12)$$

Следовательно, при известной величине H_ϕ масштабная зависимость твердости может быть рассчитана по уравнению:

$$H = H_\phi \left(\frac{h}{h_\phi} \right)^i \quad (12a)$$

Здесь H – твердость при некотором перемещении индентора h . Естественно желательно, чтобы h не

сильно отличалось от h_ϕ , поскольку значение m слабо, но зависит от h . Выбор h_ϕ , которое можно было бы использовать для всех материалов при измерении нанотвердости, затруднен большим различием в твердости материалов разного типа.

Такой подход определения нанотвердости при фиксированном значении размера отпечатка, а не при фиксированном значении нагрузки P позволяет исключить влияние масштабного фактора на нанотвердость, т. е. более корректно сопоставлять твердость материалов.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ЗНАЧЕНИЯ КОНСТАНТ, ХАРАКТЕРИЗУЮЩИХ ISE

Используя полученные результаты, в настоящей работе рассчитаны константы, характеризующие ISE: m , n , i и нанотвердость при фиксированном значении перемещения индентора h_ϕ . Определена также характеристика пластичности δ_H [14, 15, 24]. Полученные результаты приведены в таблице.

На основании полученных экспериментальных данных построен график зависимости константы m от отношения твердости H к модулю Юнга E (рис. 2).

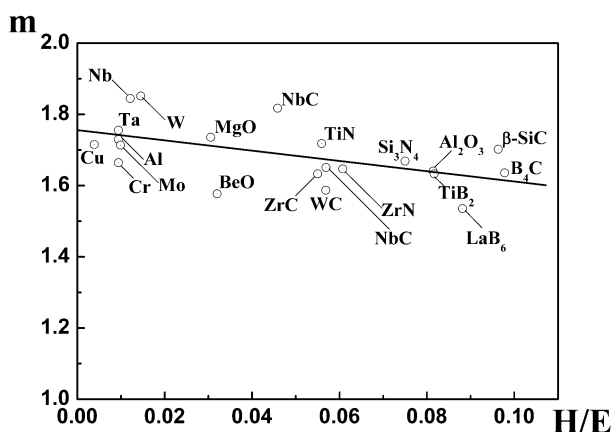


Рис. 2. Зависимость константы m от отношения твердости к модулю Юнга H/E

Как уже отмечалось, при испытании на микротвердость m линейно снижается с увеличением отношения H/E . В отличие от этих испытаний при наноиндентировании наблюдается больший разброс значений m от линейной зависимости, что может быть обусловлено значительной величиной ISE при наноиндентировании.

В работе [28] обобщены данные по зависимости m от H/E при макротвердости. Показано, что наблюдается снижение m , однако величина значений m несколько выше, чем при микро- и нанотвердости, и практически достигает 2.

Снижение параметра m при увеличении отношения H/E в нашей работе также подтверждается и не вызывает сомнений, при этом происходит увеличение константы n , абсолютного значения константы i и, следовательно, наблюдается более сильное и значимое влияние масштабного фактора на малопластичные и твердые материалы.

Результаты расчета H_ϕ показывают, что ISE при измерении нанотвердости весьма существенен.

Видно, как и предполагалось ранее, что широкий спектр исследуемых материалов не может быть корректно пересчитан при одном h_ϕ . Пересчитанные значения твердости хрупких и малопластичных материалов наиболее приемлемо коррелируют со своими измеренными величинами при $h_\phi = 100$ нм. В то же время для пластичных материалов с низкой твердостью предпочтительным является значение $h_\phi = 1000$ нм.

Отметим, что пересчитанные значения позволяют уже более надежно сопоставлять твердость широкого круга материалов между собой без влияния масштабного фактора.

Для проверки развитых представлений авторами, на примере монокристаллической меди, приведены зависимости $H(P)$ (рассчитана по уравнению (11) при $H_1 = 0,85$ ГПа, $P_1 = 12,5$ мН, $n = -0,16$), а также $H(h)$ (рассчитана по уравнению (12а) при $H_\phi = 0,85$ ГПа, $h_\phi = 827$ нм, и $i = -0,28$). Полученные результаты показаны на рис. 3.

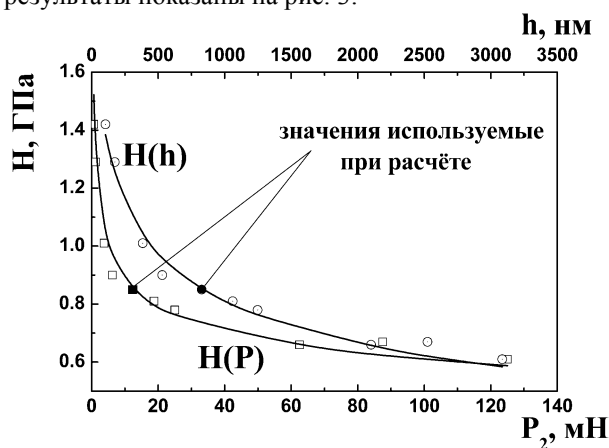


Рис. 3. Кривые зависимости нанотвердости H от нагрузки на индентор P и перемещения индентора h для монокристалла меди (111) и экспериментальные точки, полученные в [29]

Видно, что кривые, построенные по расчетным значениям твердости, удовлетворительно совпадают с экспериментальными результатами, полученными в [29].

Из таблицы видно, что ISE не очень существенен для величины характеристики пластичности δ_H металлов, но для керамик его влияние на δ_H достаточно сильное. Этот вопрос требует дальнейшего исследования и обсуждения.

ВЫВОДЫ

1. Процесс разрушения материала не влияет на масштабный фактор при индентировании, в отличие от стандартных механических испытаний (например при растяжении, когда в некоторых материалах происходит разрушение испытуемого образца). По этим причинам физическая природа масштабного фактора проявляется при наноиндентировании в более «чистых» условиях, чем при одноосных механических испытаниях. Размерный фактор при наноиндентировании (повышение твердости при снижении нагрузки на индентор) может быть объяснен затруднением пластической деформации при уменьшении размера отпечатка и

независимостью упругой деформации от его размера при условии, что общая деформация $\varepsilon_t \approx const$ и определяется формой индентора.

2. Феноменологический подход к ISE, в котором используется степенная зависимость нагрузки на индентор P от его перемещения h в виде соотношения Мейера: $P = const \cdot h^m$, где m – константа, позволяет описать ISE для монокристаллов уравнениями $H = K_1 \cdot P^n$ и $H = Ah^i$, где $n = 1 - \frac{2}{m}$ и $i = m - 2$. Для поликристаллов эти отношения, как правило, выполняются, если размер отпечатка в несколько раз меньше, чем размер зерна, что обычно наблюдается при определении нанотвердости.

3. Нанотвердость H_1 , полученная при нагрузке P_1 , может быть пересчитана на нанотвердость H_2 при нагрузке P_2 по соотношению: $H_2 = H_1 \left(\frac{P_2}{P_1} \right)^n$.

4. Сравнение нанотвердости различных материалов или одного материала в различных структурных состояниях для устранения масштабного фактора целесообразно производить не при $P = const$, а при одинаковом размере отпечатка твердости, характеризуемом некоторым фиксированным значением перемещения индентора h_ϕ .

Пересчет нанотвердости H , полученной при некотором значении h на нанотвердость H_ϕ при фиксированной величине отпечатка h_ϕ может быть произведен по выражению $H_\phi = H \left(\frac{h_\phi}{h} \right)^i$.

Предлагается в качестве h_ϕ использовать значения 1000 нм – для металлов и 100 нм – для керамик и других высокотвердых материалов.

5. Проведенные исследования показали, что предложенные авторами формулы достаточно хорошо описывают экспериментальные данные и могут использоваться для устранения влияния масштабного фактора на значения твердости материалов. Представляется целесообразным и в дальнейшем производить подобного рода коррекцию измеренных результатов с помощью пересчета при h_ϕ для корректного сравнения величин твердости, полученных в различных литературных источниках при разных нагрузках.

6. Показано, что влияние ISE на характеристику пластичности δ_H керамических материалов очень сильное. Эта проблема требует дальнейшего изучения.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. J.F. Nye. Some geometrical relations in dislocated crystals // *Acta Metall.* 1953, v. 1, N 2, p. 153-162.
2. N.A. Fleck, J.W. Hutchinson. A phenomenological theory for strain gradient effects in plasticity // *J. Mech. Phys. Solids.* 1993, v. 41, p. 1825-1857.

3. M.R. Begley, J.W. Hutchinson. The mechanics of size-dependent indentation // *J. Mech. Phys. Solids*. 1998, v. 46, N 10, p. 2049-2068.
4. W.P. Nix, H. Gao. Indentation size effects in crystalline materials: A law for strain gradient plasticity // *J. Mech. Phys. Solids*. 1998, v. 46, N 3, p. 411-425.
5. X. Feng, Y. Huang, K.-C. Hwang. Size effects in nanoindentation // *Micro and Nano Mechanical Testing of Materials and Devices* / eds. F. Yang, J.C.M. Li. New York: Springer, 2008, Chap. 2, p. 49-70.
6. J.G. Swadener, E.P. George, G.M. Pharr. The correlation of the indentation size effect measured with indenters of various shapes // *J. Mech. Phys. Solids*. 2002, v. 50, p. 681-694.
7. G.M. Pharr, E.G. Herbert, Y. Gao. The Indentation Size Effect: A Critical Examination of Experimental Observations and Mechanistic Interpretations // *Annual Review of Materials Research*. 2010, v. 40, p. 271-292.
8. B.W. Mott. *Microindentation Hardness Testing*. London: Butterworths Scientific Publications, 1956, p. 101-139.
9. Q. Ma, D.R. Clarke. Size dependent hardness of silver single crystals // *J. Mater. Res.* 1995, v. 10, p. 853-863.
10. N.A. Stelmashenko, M.G. Walls, L.M. Brown, Yu.V. Milman. Microindentations on W and Mo oriented single crystals: An STM study // *Acta Metal. Mater.* 1993, v. 41, p. 2855-2865.
11. N.A. Stelmashenko, M.G. Walls, L.M. Brown, Yu.V. Milman. *STM study of microindentations on oriented metallic single crystals*. Kluwer: Acad. Publ., Dordr. Mech. Prop. and Deform. Behav. of Materials Having Ultra – Fine Microstructures, 1993, p. 605-610.
12. K.W. McElhane, J.J. Vlassak, W.D. Nix. Determination of indenter tip geometry and indentation contact area for depth-sensing indentation experiments // *J. Mater. Res.* 1998, v. 13, N 5, p. 1300-1306.
13. Y.Y. Lim, M.M. Chaudhri. The effect of indenter load on the nanohardness of ductile metals // *Philos. Mag. A*. 1999, v. 79, N 12, p. 2979-3000.
14. Ю.В. Мильман, С.Н. Дуб, А.А. Голубенко. Масштабная зависимость твердости и характеристики пластичности, определяемой при индентировании // *Деформация и разрушение материалов*. 2008, №8, с. 3-10.
15. Yu. Milman, S. Dub, A. Golubenko. Plasticity characteristics obtained through instrumental indentation // *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.* 2008, v. 1049, p. 123-128.
16. Yu.V. Milman. Relationship of hardness to load on the indenter and hardness with a fixed diagonal of the indentation // *Strength of Materials*. 1990, v. 22, N 6, p. 840-844.
17. W.C. Oliver, G.M. Pharr. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments // *J. Mater. Res.* 1992, v. 7, N 6, p. 1564-1583.
18. L.M. Brown. Comment on “Nanohardness of high purity Cu single crystals” in [J. Appl. Phys. 107, 043510 (2010)] // *J. Appl. Phys.* 2011, v. 109, 026102, p. 2.
19. L.M. Brown. Transition from laminar to rotational motion in plasticity // *Phil. Trans. R. Soc. Lond. A*. 1997, v. 355, N 1731 p. 1979-1990.
20. O.N. Grigor'ev, Yu.V. Milman, V.N. Skvortsov, A.P. Ternovskii, V.I. Trefilov, S.I. Chugunova. Resistance of covalent crystals to microindentation // *Soviet Powder Metallurgy and Metal Ceramics*. 1977, v. 16, N 8, p. 628-634.
21. I.V. Gridneva, V.I. Lazorenko, D.V. Lotsko, Yu.V. Milman, Yu.B. Paderno, S.I. Chugunova. Mechanical properties of single-crystal lanthanum hexaboride with local loading // *Soviet Powder Metallurgy and Metal Ceramics*. 1990, v. 29, N 12, p. 967-972.
22. X.J. Ren, R.M. Hooper, C. Griffiths, J.L. Henshall. Indentation – size effects in single-crystal MgO // *Philos. Mag. A*. 2002, v. 82, N 10, p. 2113-2120.
23. Ю.И. Головин. *Наноиндентирование и его возможности*. М.: «Машиностроение», 2009, с. 312.
24. Yu.V. Milman, B.A. Galanov, S.I. Chugunova. Plasticity Characteristic Obtained through Hardness Measurement // *Acta Met. Mater.* 1993, v. 41, N 9, p. 2523-2532.
25. Yu.V. Milman, A.A. Golubenko, S.N. Dub. Indentation size effect in nanohardness // *Acta Materialia*. 2011, v. 59, p. 7480-7487.
26. X.D. Hou, A.J. Bushby, N.M. Jennett. Study of the interaction between the indentation size effect and Hall-Petch effect with spherical indenters on annealed polycrystalline copper // *J. Phys. D, Appl. Phys.* 2008, v. 41, N 7, 074006, p. 7.
27. I. Manika, J. Maniks. Size effects in micro- and nanoscale Indentation // *Acta Mater.* 2006, v. 54, p. 2049-2056.
28. X.J. Ren, R.M. Hooper, C. Griffiths, J.L. Henshall. Indentation size effect in ceramics: Correlation with H/E // *J. Mater. Sci. Let.* 2003, v. 22, p. 1105-1106.
29. S.N. Dub, Y.Y. Lim, M.M. Chaudhri. Nanohardness of high purity Cu (111) single crystals: The effect of indenter load and prior plastic sample strain // *J. Appl. Phys.* 2010, v. 107, 043510, p. 15.

Статья поступила в редакцию 16.01.2015 г.

ВИЗНАЧЕННЯ НАНОТВЕРДОСТІ ПРИ ФІКСОВАНОМУ РОЗМІРІ ВІДБИТКА ТВЕРДОСТІ ДЛЯ УСУНЕННЯ МАСШТАБНОГО ФАКТОРУ

Ю.В. Мільман, О.А. Голубенко, С.М. Дуб

Порівняння нанотвердості різних матеріалів або одного матеріалу в різних структурних станах для усунення масштабної залежності твердості ISE (Indentation Size Effect) пропонується проводити не при навантаженні $P = const$, а при однаковому розмірі відбитка твердості, який характеризується деяким фіксованим значенням переміщення індентора h_ϕ , або перерахувати на цей фіксований розмір. Для

визначення нанотвердості H_ϕ при h_ϕ запропоновано формулу: $H_\phi = H \left(\frac{h_\phi}{h} \right)^{m-2}$, де m – константа в

співвідношенні Мейера $P \sim h^m$. Такий підхід дозволяє більш коректно порівнювати величини твердості матеріалів, отримані при різних навантаженнях. У роботі досліджено 21 матеріал, визначені і розраховані параметри, що характеризують ISE, а також розрахована нанотвердсть при фіксованому значенні переміщення індентора h_ϕ .

DETERMINATION OF NANOHARDNESS AT A FIXED SIZE OF HARDNESS INDENT FOR THE ELIMINATION OF THE SIZE FACTOR

Yu.V. Milman, A.A. Golubenko, S.N. Dub

To eliminate the indentation size effect (ISE), we propose to compare the nanohardness of different materials or a material in different structural states at equal sizes of hardness indents, characterized by a certain fixed displacement of the indenter h_f , rather than under a fixed load $P = const$, or recalculate the nanohardness for this

fixed size. For the determination of the nanohardness H_f at h_f , the formula $H_f = H \left(\frac{h_f}{h} \right)^{m-2}$ is proposed, where

m is the constant in the Meyer relation $P \sim h^m$. This approach enables us to compare more correctly the values of the hardness of different materials obtained under different loads. In the present work, 21 materials have been investigated, parameters that characterize the ISE have been determined and calculated, and the nanohardness has been calculated at a fixed displacement of the indenter h_f .