

Получение, структура, свойства

УДК 661.65:661.55

В. И. Куц, С. Н. Дуб (г. Киев)

Оценка упруго-пластических свойств материалов по данным наноиндентирования и компьютерного моделирования. 2. Экспериментально-теоретическая методика

Предложена методика оценки упруго-пластических свойств материалов, основанная на сравнении данных наноиндентирования с результатами численного моделирования контактного взаимодействия в системе индентор–образец. Как показывает тестирование модели, она удовлетворительно работает как для аморфных материалов, так и для металлов (отожженных и деформационно-упрочненных) на микро- и субмикроуровне. Ее применимость к моделированию процесса наноиндентирования материалов с выраженным размерным эффектом требует дополнительно учета факторов, существенных для данного масштабного уровня. К таким относится форма и степень затупления индентора, а также влияние градиента деформации и границ зерен на подвижность дислокаций и определяемый ею предел текучести материала на наноуровне.

Ключевые слова: наноиндентирование, предел текучести, численное моделирование, размерный эффект.

ВВЕДЕНИЕ

Метод индентирования, изобретенный более 100 лет назад, является основным стандартизованным способом определения твердости материалов. К настоящему времени разработана широкая гамма методик измерения твердости, которые отличаются формой и размером индентора, усилием нагружения, способом оценки размера отпечатка и т. д. При этом сложилась парадоксальная ситуация: значение твердости не является константой материала и может принимать различные значения в зависимости от применяемой методики ее измерения. Дело в том, что твердость не есть свойство материала в строгом смысле, а лишь проявление в тех или иных условиях испытания фундаментального механического свойства – пластичности. Другими словами, все известные параметры твердости (по Бриннелю, Мейеру, Роквеллу, Виккерсу и т. д.) являются, по существу, различными функциями одной и той же переменной, а именно предела текучести. Поэтому поиск

“обратной” функции, т. е. оценка характеристик пластичности материала по данным индентирования, представляется весьма актуальным и многообещающим направлением развития метода индентирования.

Сама по себе идея определения механических свойств материала по данным индентирования не нова [1, 2], однако до последнего времени ее реализацию сдерживало отсутствие адекватных инструментальных средств и методов анализа. Появление высокоточных нанотвердомеров нового поколения с программируемым внедрением, записью диаграммы нагружения, цифровой обработкой данных и т. д. перевело решение этой проблемы в практическую плоскость, о чем свидетельствует большое количество публикаций последних лет. В первой части работы [3] дан обзор и проведен критический анализ существующих методов и подходов к определению упруго-пластических свойств материалов по данным индентирования. Сформулированы проблемы, остающиеся до настоящего времени открытыми, и указаны основные направления усилий по их решению. Они состоят в усовершенствовании методик наноиндентирования; привлечении других приборных средств для получения дополнительной информации, обеспечивающей, в сочетании с данными наноиндентирования, однозначную оценку механических свойств материала; дальнейшем развитии модельных представлений о контактном взаимодействии в системе индентор–образец и закономерностях деформирования материалов в нанобъемах и при высоких давлениях.

Во второй части работы предложена методика оценки упруго-пластических свойств материалов, основанная на сравнении данных наноиндентирования с результатами численного моделирования контактного взаимодействия в системе индентор–образец.

ЭКСПЕРИМЕНТ

Испытания проводили на приборе Nano Indenter II (“MTS Systems”, США), оснащенный трехгранным индентором Берковича. Радиус затупления в вершине индентора равен ~ 410 нм. В качестве модельных материалов были испытаны плавленый кварц, отожженная и деформационно-упрочненная поликристаллическая медь чистотой 99,99 %. Испытания плавленого кварца проводили при нагрузках 1 и 50 мН, меди – при нагрузке 60 мН. Скорость роста нагрузки подбирали такую, чтобы время нагружения до максимальной нагрузки было равно 20 с. Вычисление зависимости среднего контактного давления (СКД) от глубины проникновения индентора выполняли по методике, приведенной в [4].

МОДЕЛЬ

Используемый в приборе Nano Indenter II алмазный индентор Берковича представляет собой трехгранную пирамиду с углом наклона $65,3^\circ$. Как отмечается в [5], повсеместно используемое упрощающее предположение состоит в существовании “эквивалентной” формы реального пирамидального индентора в виде тела вращения, для которого возможно аналитическое описание процесса внедрения. Хотя к настоящему времени здесь не существует окончательных аргументов *pro* или *contra*, практика моделирования свидетельствует скорее в пользу такой идеализации, широко используемой как в аналитическом, так и численном анализе для уменьшения количества параметров задачи и сокращения объема вычислений.

Конечно-элементная модель и схема нагружения показаны на рис. 1, при этом алмазный индентор, представляющий собой тело вращения с образую-

шей $z = f(\rho)$, предполагается линейно-упругим с усредненным модулем Юнга $E = 1140$ ГПа и коэффициентом Пуассона $\nu = 0,07$. Испытываемый образец моделируется цилиндром, высота $H_{ц}$ и радиус $R_{ц}$ которого намного превышают размеры предполагаемой области контакта с индентором. Его материал предполагается упруго-пластическим и описывается теорией пластического течения Мизеса с изотропным упрочнением. Для конкретности закон упрочнения выбирали в виде степенной зависимости (например, [6])

$$\sigma = E\varepsilon, \quad \varepsilon < \sigma_T / E; \quad \sigma = R\varepsilon^n, \quad \varepsilon \geq \sigma_T / E; \quad (1)$$

где σ_T – начальный предел текучести; n – показатель степени упрочнения; $R = \sigma_T(\sigma_T/E)^n$. Для большинства металлов значение n изменяется от 0,1 до 0,5. На контактной поверхности предполагаются выполненными условия закона трения Кулона. В практических расчетах коэффициент трения принимали равным 0,05, впрочем, он не оказывал сколь-нибудь заметного влияния на конечный результат.

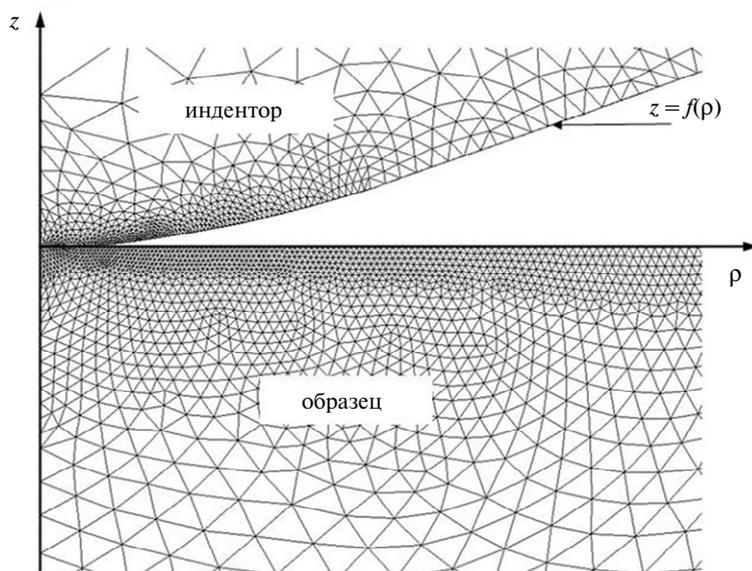


Рис. 1. Фрагмент конечно-элементной модели: ρ, z – цилиндрические координаты, $z = f(\rho)$ – образующая индентора.

В качестве геометрической модели стандартного (острого) индентора Берковича обычно используется эквивалентный конус с углом при вершине равным $70,3^\circ$, имеющий то же отношение площади сечения к квадрату высоты, а именно $A/z^2 = k = 24,5$. Для затупленного индентора наиболее очевидной представляется аппроксимация его формы фигурой вращения, для которой зависимость $A(z)$ такая же, как и для реального индентора. Рассчитанная согласно данным атомно-силовой микроскопии форма эквивалентного индентора $f(\rho)$ показана на рис. 2 [7]. В частности, для $z < 10$ нм образующая описывается формулой

$$z(\rho) = B_d \rho^{2,45} + h_d, \quad (2)$$

где $B_d = 2,30 \cdot 10^{-4}$ и $h_d = 1,75$ нм; для $z > 10$ нм используется сплайн-аппроксимация экспериментальных точек (см. рис. 2). Восстановленная ли-

нейной аппроксимацией удаленных ($\rho > 700$ нм) от вершины точек геометрия идеального (острого) индентора представлена пунктирной линией. Их сравнение дает величину затупления реального индентора ~ 30 нм.

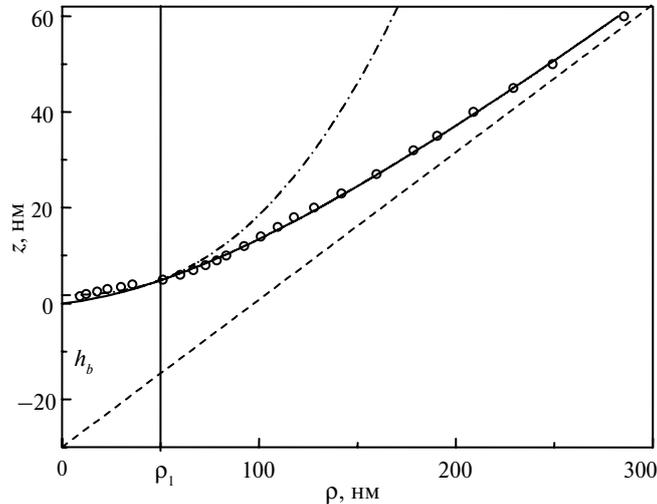


Рис. 2. Образующая эквивалентного индентора в виде тела вращения: эксперимент (\circ), аппроксимация при $z > 10$ нм (—) и $z < 10$ нм (---), геометрическая модель стандартного (острого) индентора Берковича (----).

Нагружение модельного индентора осуществляется заданием нормальных перемещений его основания, для образца предполагаются выполненными такие условия закрепления: $u_\rho = 0$ на $\rho = R_\Pi$ и $u_z = 0$ на $z = -H_\Pi$. В предположении, что размеры образца намного больше радиуса пятна контакта, способ его закрепления не оказывает влияния на результаты моделирования. Сформулированная модельная краевая задача существенно нелинейна, что обусловлено как наличием контактных условий, так и поведением материала под индентором. Поэтому для ее решения применяется итерационная процедура метода конечных элементов (МКЭ), на каждом шаге которой задается приращение перемещения индентора и определяются соответствующие ему поля перемещений, напряжений, а также интегральные характеристики – радиус пятна контакта и суммарная нагрузка на индентор.

ТЕСТИРОВАНИЕ МОДЕЛИ

Плавленый кварц

Плавленый кварц является одним из эталонных материалов при калибровке нанотвердомеров, поскольку его упруго-пластические свойства стабильны и хорошо изучены. Авторы использовали экспериментальные данные по индентированию плавленого кварца для проверки работоспособности изложенной выше математической модели. Общепринятым является приближение деформационной кривой упруго-пластического материала степенной зависимостью (1). Для расчетов взяты следующие свойства плавленого кварца [8]: модуль Юнга $E = 70$ ГПа, коэффициент Пуассона $\nu = 0,17$, начальный предел текучести $\sigma_T = 5,5$ ГПа и показатель степени упрочнения $n = 0,01$.

Рассмотрим нагружение индентора силой $P = 1,0$ мН с последующей разгрузкой, при этом максимальное перемещение индентора составляет 65 нм. На рис. 3 показаны экспериментальные данные и результаты численного

анализа модели для двух конечно-элементных сеток (крупной и мелкой). Как видно из рисунка, все три сравниваемых набора данных практически совпадают, что свидетельствует о сходимости численного решения и адекватности модели реальному процессу. Возможной причиной незначительных, сравнимых с точностью измерения расхождений между расчетными и опытными данными могут быть тепловой дрейф в приборе, релаксационные процессы и другие явления, не учитываемые в модели. Однако и в данном приближении столь хорошее согласие модели и эксперимента является надежной основой для решения обратной задачи – определения упруго-пластических свойств материала по данным индентирования. Однако перед тем как перейти к ее анализу рассмотрим вначале кинетику развития эквивалентных напряжений и деформаций под индентором в зависимости от глубины внедрения.

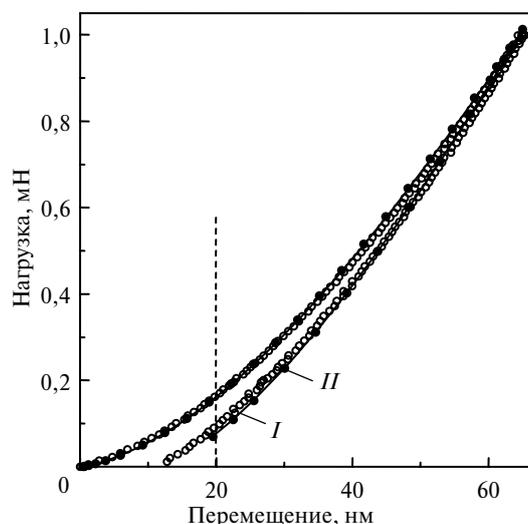


Рис. 3. Нагрузка как функция перемещения индентора: сравнение расчетных I (—), II (●) и экспериментальных (○) данных для плавленого кварца (максимальная нагрузка $P = 1$ мН).

На рис. 4, *a–в* показаны линии равных эквивалентных напряжений (Мизеса) при перемещении индентора h равным 20, 40 и 60 нм. На рис. 5, *a–в* показаны изолинии эквивалентной пластической деформации для того же перемещения. Как показывает расчет, при $h < 20$ нм деформация образца является чисто упругой и, следовательно, этот участок кривой нагрузка–перемещение может быть использован для оценки модуля упругости [7]. При дальнейшем внедрении индентора происходит развитие пластических деформаций – поскольку в рассматриваемом случае деформационное упрочнение материала практически отсутствует ($n = 0,01$), то в зоне пластичности эквивалентные напряжения практически постоянны (см. рис. 4, *б, в*). Как видно из рис. 5, *a–в*, по мере внедрения индентора растет как размер зоны, так и максимальное значение пластической деформации. Отметим, что при этом возрастает и прогиб свободной поверхности, также отчетливо наблюдаемый в эксперименте.

Теперь проиллюстрируем, как представленные на рис. 3 экспериментальные данные могут быть использованы для оценки свойств испытываемого материала. Как уже сказано выше, начальный ($h < 20$ нм) участок диаграммы внедрения полностью обратим и определяется лишь модулем Юнга. Расчетные кривые на рис. 6 соответствуют значениям модуля Юнга равным 62, 70 и

78 ГПа. Как видно из рисунка, чувствительность метода достаточна для определения модуля Юнга с погрешностью не более 1–2 ГПа. С использованием методики [7] находим, что наилучшее соответствие экспериментальным данным обеспечивает значение $E = 70$ ГПа, практически совпадающее с [8].

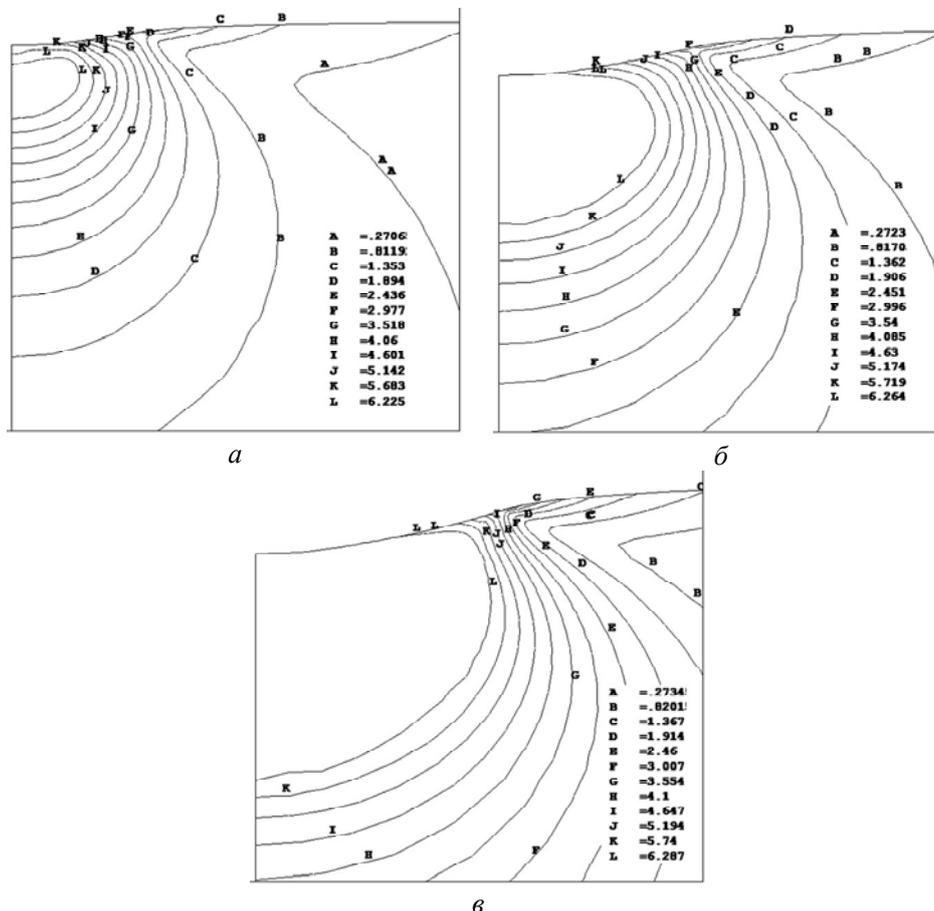


Рис. 4. Эквивалентное напряжение Мизеса при $h = 20$ (а), 40 (б) и 60 (в) нм.

Для оценки предела текучести σ_T , напротив, более удобны данные, соответствующие относительно большим нагрузкам (и, как следствие, развитой зоне пластичности). Представленные на рис. 7 экспериментальные данные, полученные авторами и взятые из [8], соответствуют максимальной нагрузке $P = 50$ мН, расчетные данные получены с использованием значения $\sigma_T = 5,5$ ГПа и модуля Юнга $E = 70$ ГПа, определенного по данным индентирования (см. рис. 6). Как видно из рисунка, все сравниваемые данные находятся в хорошем согласии, что служит подтверждением достоверности опытных данных и адекватности математической модели.

Вместе с тем, использование кривой $P(h)$ для определения предела текучести не является оптимальным решением, поскольку она сравнительно малочувствительна к изменению указанного параметра. Более целесообразно использовать кривую перемещение–твёрдость, где в выражение для оценки последней входит также радиус пятна контакта. Под твёрдостью, как обычно, понимается среднее контактное давление, равное отношению нагрузки к площади проекции отпечатка при развитом пластическом течении. Как пока-

зывает численный эксперимент, кривая перемещение–твёрдость весьма чувствительна к изменению предела текучести и может быть использована для его оценки путем сравнения с соответствующими экспериментальными данными. При этом следует отметить, что расчетное значение твердости монотонно растет при увеличении глубины отпечатка до 200 нм, после чего остается практически постоянным. Такое поведение обусловлено влиянием затупления индентора и определяемой им эволюцией полей деформаций и напряжений в образце (см. рис. 4 и 5).

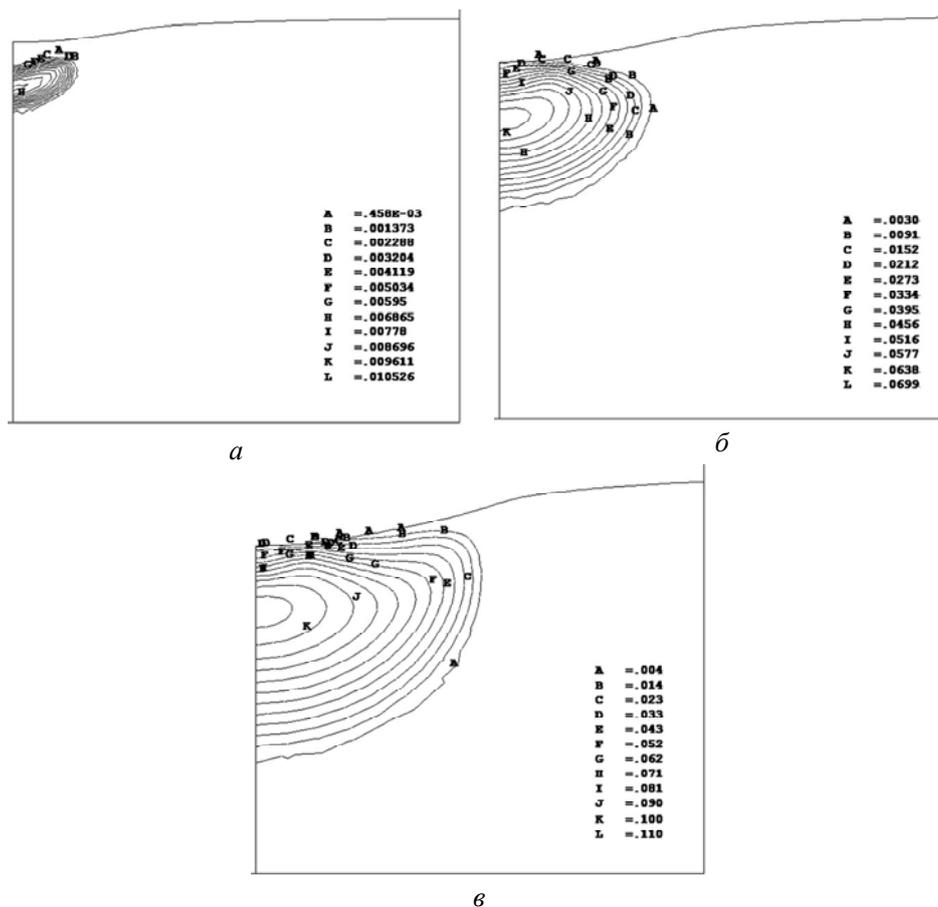


Рис. 5. Эквивалентная пластическая деформация при $h = 20$ (а), 40 (б) и 60 (в) нм.

Наблюдаемый при больших глубинах незначительный разброс расчетных значений твердости является чисто вычислительным артефактом и связан с дискретностью конечно-элементной сетки. Для определенности под расчетным значением твердости будем понимать СКД, усредненное по всем шагам нагружения для глубины отпечатка более 200 нм. Вычисленные указанным способом значения твердости H равны 8,0, 8,9 и 9,8 ГПа при $\sigma_T = 4,5, 5,5$ и 6,5 ГПа соответственно. С удовлетворительной точностью эти данные аппроксимируются линейной зависимостью $\sigma_T = 1,04 (H - 3,69)$, откуда для полученного наноиндентированием значения $H = 9,0$ ГПа при $h = 400$ нм (рис. 8) находим $\sigma_T = 5,52$ ГПа, практически совпадающее с указанным в [8]. Таким образом, предложенная модель обеспечивает определение модуля

упругости и предела текучести материалов с низким ($n \approx 0,01$) деформационным упрочнением с достаточной для практических целей точностью.

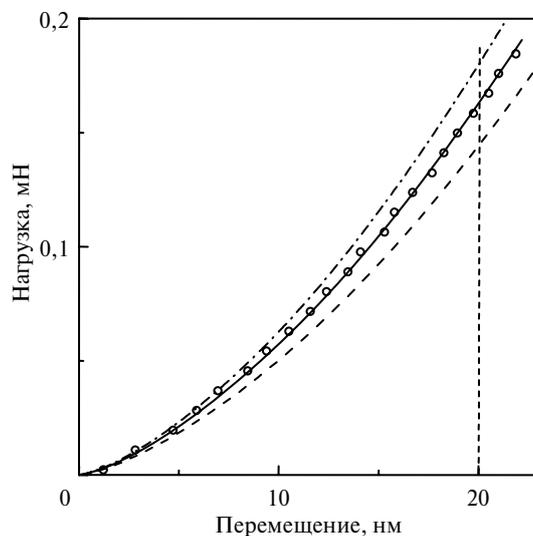


Рис. 6. Начальный участок диаграммы внедрения индентора в образец плавленого кварца: эксперимент (\circ), расчет для $E = 78$ (---), 70 (—), 62 (— · —) ГПа.

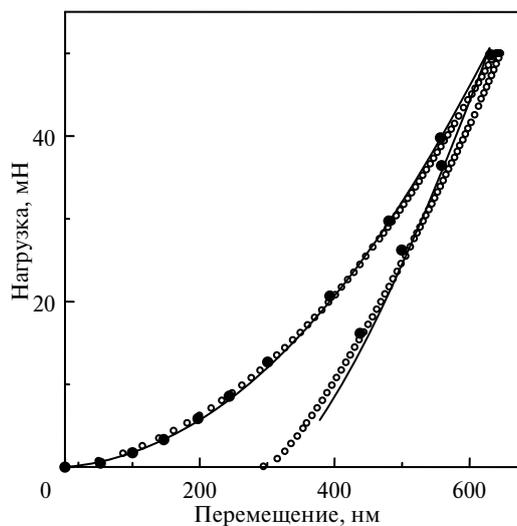


Рис. 7. Диаграмма внедрения индентора в образец плавленого кварца, максимальная нагрузка $P_{\max} = 50$ мН: эксперимент (\circ), [8] (\bullet), расчет при $E = 70$ ГПа и $\sigma_T = 5,5$ ГПа (—).

Отожженная и деформационно-упрочненная медь

Для оценки применимости рассматриваемой модели к анализу результатов наноиндентирования металлических материалов использовали тщательно проверенные данные [9] для отожженной и деформационно-упрочненной бескислородной поликристаллической меди чистотой 99,99 % с размером зерна в диапазоне от 30 до 100 мкм. Рассматриваемый нами характерный размер отпечатка составляет несколько микрон, поэтому следует ожидать, что границы зерен не окажут существенного влияния на пластические свойства меди. Согласно [9], модуль Юнга поликристаллической меди $E =$

118 ГПа, коэффициент Пуассона $\nu = 0,345$. Деформационное упрочнение отожженной меди описывается зависимостью (1) с $R = 0,512$ ГПа и показателем степени $n = 0,498$; для деформационно-упрочненной меди $\sigma_T = 0,36$ ГПа и $n = 0,01$.

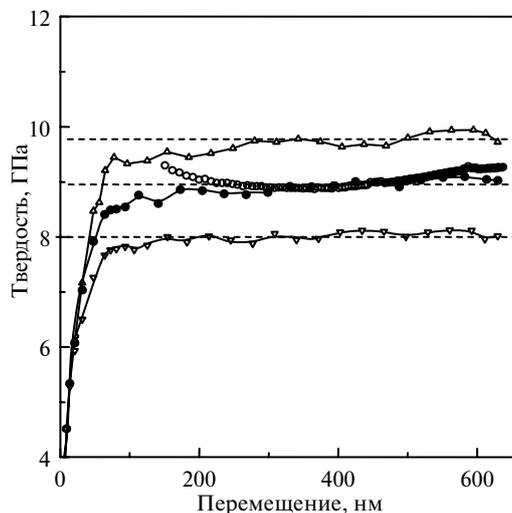


Рис. 8. Твердость плавленого кварца как функция перемещения, $P_{\max} = 50$ мН: эксперимент (\circ), расчет при $\sigma_T = 4,5$ (∇), $5,5$ (\bullet), $6,5$ (Δ) ГПа.

На рис. 9 представлены экспериментальные зависимости $P(h)$ для отожженной и деформационно-упрочненной меди и соответствующие расчетные зависимости. Как видно из рисунка, рассматриваемая нами модель предсказывает существенно заниженные значения нагрузки на индентор. Проблема здесь, однако, не в самой модели, а в том, что для расчета использовали свойства меди, полученные на макрообразцах. При характерном для наноиндентирования деформировании нанообъемов материала имеет место размерный эффект (например, [10–12]), обусловленный ограниченной подвижностью дислокаций и не учитываемый в стандартной теории пластического

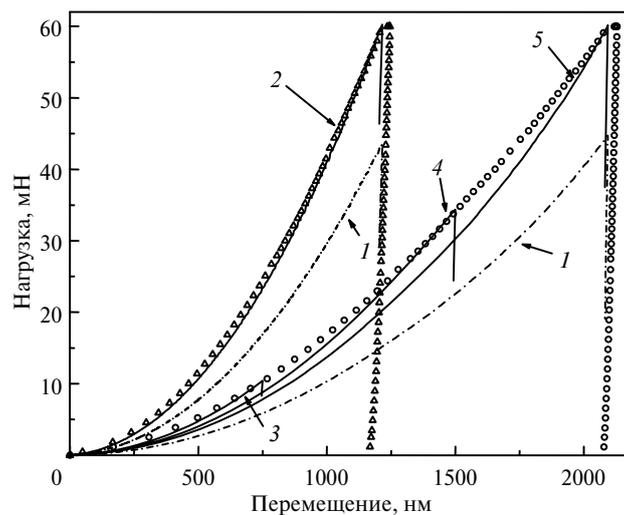


Рис. 9. Сравнение расчетных (---, —) и экспериментальных (\circ , Δ) зависимостей $P(h)$ для отожженной (\circ) и деформационно-упрочненной (Δ) поликристаллической меди: $m = 1$ (1), 1,46 (2), 1,85 (3), 1,55 (4), 1,36 (5).

течения Мизеса. Проявлением этого эффекта является более высокая наблюдаемая твердость при малых нагрузках, а его теоретическое описание возможно, в частности, в рамках так называемой градиентной теории пластичности [13]. В представленной работе применение этой теории не рассматриваем, а ограничиваемся стандартной теорией пластичности, используя в качестве исходных данных выражение (1), умноженное на некоторый коэффициент $m(h)$. Для определенности, его значение будем выбирать из соответствия расчетных и экспериментальных значений нагрузки на индентор при максимальном перемещении h_{\max} .

Экспериментальные кривые для деформационно-упрочненной меди получены для максимальной нагрузки $P(h_{\max}) = 60$ мН, при этом глубина невосстановленного отпечатка $h_{\max} = 1216$ нм. Полученное из компьютерного эксперимента значение $m(h_{\max})$ для деформационно-упрочненной меди равно 1,46, при этом расчетная кривая удовлетворительно согласуется с данными наноиндентирования (см. рис. 9, сплошная линия 1). Это дает основание считать параметр m постоянной, не зависящей от глубины отпечатка величиной. Соответствующие расчетные значения СКД показаны на рис. 10, их усреднение при $h > 200$ нм дает $H = 1,67$ ГПа, что на 8 % ниже соответствующего экспериментального значения (1,81 ГПа). Причиной данного расхождения может быть как неучет масштабного эффекта (впрочем, для деформационно-упрочненного материала он не должен быть существенным), так и используемый при обработке данных наноиндентирования способ оценки СКД [4]. Приводимое в [9] значение твердости деформационно-упрочненной меди $H = 1,5-1,7$ ГПа весьма близко к полученному авторами методом математического моделирования. Следовательно, можно сделать вывод о применимости модели к оценке предела текучести металлов с малым коэффициентом деформационного упрочнения.

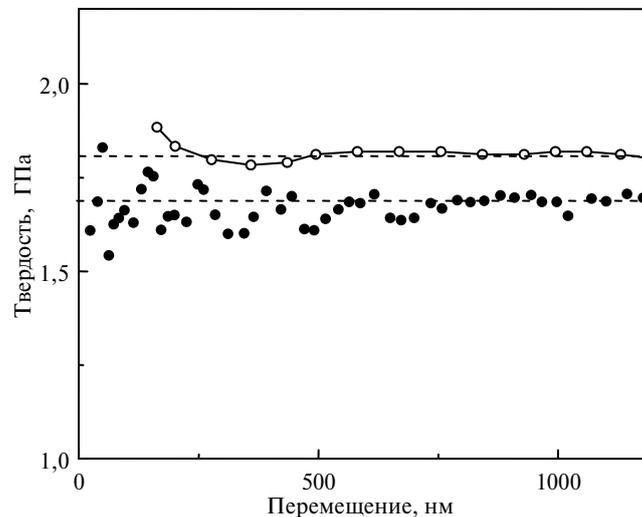


Рис. 10. Экспериментальная (\circ) и расчетная (\bullet) твердость деформационно-упрочненной меди: $H = 1,67$, $m = 1,46$ (\bullet), 1,81 (\circ) ГПа.

Напротив, для отожженной меди характерно сильное деформационное упрочнение: показатель степени упрочнения в (1) $n \approx 0,5$. Как показывает сравнение приведенных на рис. 9 расчетных и опытных данных для отожженной меди, и в этом случае использование макроскопических свойств меди для

прогнозирования диаграммы внедрения индентора также приводит к существенному занижению нагрузки на индентор. Более того, формы расчетной и экспериментальной кривых $P(h)$ отличаются достаточно существенно, что является проявлением размерного эффекта. Следовательно, коэффициент $m(h)$ должен определяться для каждого значения h_{\max} отдельно. С помощью расчетных кривых 2–4, приведенных на рис. 9, определены значения $m = 1,85, 1,55$ и $1,36$ для $h_{\max} = 750, 1500$ и 2090 нм соответственно. В линейном приближении $m(h_{\max}) = 2,117 - 3,663 \cdot 10^{-4} h_{\max}$. Соответствующие расчетные значения твердости равны $0,91, 0,76$ и $0,67$ ГПа (рис. 11). Сравнение с приведенными там же экспериментальными данными показывает, что такой способ прогнозирования дает завышенные значения твердости. При этом, как и следовало ожидать, расхождение с экспериментом уменьшается с увеличением глубины отпечатка: так, для $h_{\max} = 750$ нм оно составляет около 20 %, тогда как для $h_{\max} = 2090$ нм – менее 10 %. Согласно данным [10], размерный эффект в монокристалле меди проявляется до $h_{\max} = 10$ мкм, при этом приведенные там значения твердости практически совпадают с данными эксперимента (см. рис. 11). Таким образом, модель обеспечивает адекватное описание взаимодействия индентора с деформационно-упрочняющимся металлом при микроиндентировании, когда влияние масштабного фактора пренебрежимо мало. При наноиндентировании учет влияния размерного эффекта является необходимым условием проведения успешного вычислительного эксперимента.

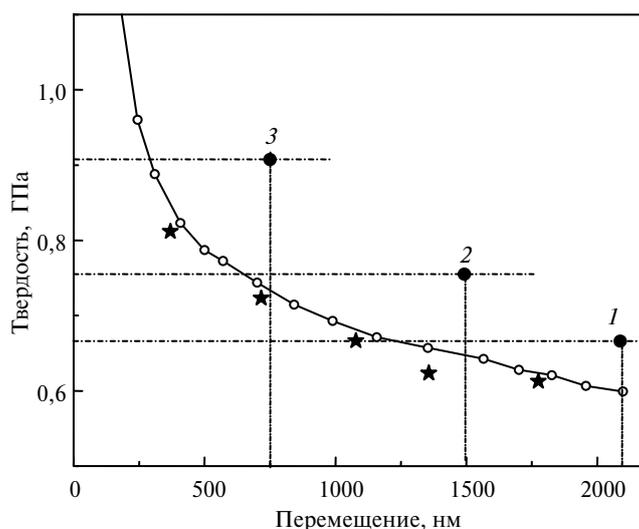


Рис. 11. Экспериментальная (\circ) и расчетная (\bullet) твердость ожеженной меди: $H = 0,67$ (1), $0,76$ (2), $0,91$ (3) ГПа при $m = 1,36, 1,55, 1,85$ соответственно; данные [10] (\star).

ВЫВОДЫ

С математической точки зрения рассмотренная в работе модель представляет собой контактную краевую задачу упругопластичности, в которой адекватно учтены все основные факторы процесса взаимодействия индентора с образцом. Ее решение методом конечных элементов обеспечивает прогнозирование кривой нагрузка–перемещение индентора и оценку твердости материала по заданным упруго-пластическим свойствам. С другой стороны, она открывает возможность, путем сравнения с имеющимися экспериментальными

ми данными решения обратной задачи – оценки упруго-пластических свойств исследуемого материала.

Для тестирования выбирали такие материалы, чтобы можно было оценить пределы применимости модели. Как показывает анализ, модель удовлетворительно работает как для аморфных материалов, так и для металлов (отожженных и деформационно-упрочненных) на микро- и субмикроровне. В то же время, ее применение к моделированию процесса наноиндентирования ограничено условием отсутствия размерного эффекта, характерного для сверхмалых отпечатков в твердых телах.

Распространение изложенного подхода для случая максимальной глубины внедрения $h_{\max} < 100$ нм требует учета факторов, существенных для данного масштабного уровня. К таким относится форма и степень затупления индентора (уже учтенных в изложенной модели), а также влияние градиента деформации и границ зерен на подвижность дислокаций и определяемый ею предел текучести нанообъема материала. В свою очередь, это требует использования более сложной модели материала (типа градиентной теории пластичности) и разработки соответствующих программных средств численного анализа модельных краевых задач.

Запропонована методика оцінки пружно-пластичних властивостей матеріалів, яка базується на порівнянні даних наноіндентування з результатами чисельного моделювання контактної взаємодії в системі індентор–зразок. Як показує тестування моделі, вона задовільно працює як для аморфних матеріалів, так і металів (відпалених та деформаційно-зміцнених) на мікро- та субмікрорівні. Її придатність до моделювання процесу наноіндентування матеріалів з вираженим розмірним ефектом потребує додаткового урахування факторів, суттєвих для даного масштабного рівня. До таких відноситься форма та ступінь затуплення індентора, а також вплив градієнта деформації та границь зерен на рухливість дислокацій і межу плинності матеріалу на нанорівні, що нею визначається.

Ключові слова: наноіндентування, межа плинності, чисельне моделювання, розмірний ефект.

A procedure of an evaluation of elasto-plastic properties of materials, which is based on the comparison of the nanoindentation data with the results of the numerical modeling of a contact interaction in the indenter–sample system, has been proposed. As has been shown by testing, the model works satisfactory both for amorphous materials and for metals (annealed and strain–strengthened) on the micro– and submicron levels. Its applicability to modeling the nanoindentation process of materials with a distinct size effect has been found to require further allowing for factors, which are important for the given scale level. These factors include the indenter shape and degree of bluntness, the effect of the strain gradient and grain boundaries on the dislocation mobility and strength yield of a material at the nanolevel.

Keywords: nanoindentation, yield strength, numerical modeling, size effect.

1. Field J. S., Swain M. V. Determining the mechanical properties of small volumes of material from submicrometer spherical indentations // J. Mater. Res. – 1995. – **10**. – P. 101–112.
2. Cheng Y.-T., Cheng C.-M. Can stress-strain relationships be obtained from indentation curves using conical or pyramidal indenters // Ibid. – 1999. – **14**. – P. 3493–3496.
3. Куц В. И., Дуб С. Н. Оценка упруго-пластических свойств материалов по данным наноиндентирования и компьютерного моделирования. 1. Состояние проблемы (литературный обзор) // Сверхтв. материалы. – 2012. – № 3. – С. 3–12.
4. Dub S., Novikov N., Milman Y. The transition from elastic to plastic behaviour in Al–Cu–Fe quasicrystal studied by cyclic nanoindentation // Phil. Mag. A. – 2002. – **82**, N 10. – P. 2161–2172.
5. Larsson P. L. Modelling of sharp indentation experiments: some fundamental issues // Phil. Mag. – 2006. – **86**, N 33–35. – P. 5155–5177.

6. *Ogasawara N., Chiba N., Chen X.* Representative strain of indentation analysis // *J. Mater. Res.* – 2005. – **20**. – P. 2225–2234.
7. *Куц В. И., Дуб С. Н., Литвин П. М.* Определение модуля Юнга по упругому участку диаграммы внедрения индентора Берковича // *Сверхтв. материалы.* – 2007. – № 4. – С. 40–48.
8. *Chudoba T., Schwaller P., Rabe R., Breguet J.-M., Michler J.* Comparison of nanoindentation results obtained with Berkovich and cube-corner indenters // *Phil. Mag.* – 2006. – **86**. – P. 5265–5283.
9. *Lim Y. Y., Chaudhri M. M.* The effect of indenter load on the nanohardness of ductile metals: an experimental study on polycrystalline work-hardened and annealed oxygen-free copper // *Phil. Mag. A.* – 1999. – **79**. – P. 2979–3000.
10. *Manika I., Maniks J.* Size effects in micro- and nanoscale indentation // *Acta Mater.* – 2006. – **54**. – P. 2049–2056.
11. *Kiener D., Pippan R., Motz C., Kreuzer H.* Microstructural evolution of the deformed volume beneath microindents in tungsten and copper // *Ibid.* – 2006. – **54**. – P. 2801–2811.
12. *Lee X., Ko S., Han J., Park H., Hwang W.* Novel analysis for nanoindentation size effect using strain gradient plasticity // *Scripta Mater.* – 2005. – **53**. – P. 1135–1139.
13. *Mughrabi H.* On the current understanding of strain gradient plasticity // *Mater. Sci. Eng. A* – 2004. – **387–389**. – P. 209–213.

Ин-т сверхтвердых материалов
им. В. Н. Бакуля НАН Украины

Поступила 08.01.12