

С. Н. Дуб, Г. П. Кислая, П. И. Лобода (г. Киев)

### **Исследование механических свойств монокристалла LaB<sub>6</sub> методом наноиндентирования**

*Методом наноиндентирования исследована специфика упруго-пластического перехода в монокристалле гексаборида лантана при локализации деформации в субмикронной области как при низкой (скол), так и высокой (механическая полировка) плотности дислокаций в образце. При испытаниях на сколе монокристалла по плоскости спайности (001) наблюдали резкий упруго-пластический переход (pop-in) в результате гомогенного зарождения дислокаций в области контакта при сдвиговых напряжениях, близких к теоретической прочности LaB<sub>6</sub> при сдвиге. После механической полировки упругопластический переход при внедрении индентора происходил плавно в результате движения и размножения уже существующих в области контакта дислокаций. Деформационное упрочнение поверхности образца вызвало повышение твердости на 5 ГПа при глубине отпечатка 120 нм.*

**Ключевые слова:** LaB<sub>6</sub>, сапфир, наноиндентирование, упруго-пластический переход, теоретическая прочность при сдвиге.

#### **ВВЕДЕНИЕ**

Гексаборид лантана (LaB<sub>6</sub>) является основным материалом термокатодов электронно-лучевых установок для плавления, напыления и сварки металлов и сплавов [1–2]. Гексаборид лантана имеет кубическую структуру, пространственная группа  $O_h^1 - Pm\bar{3}m$ , структурный тип CaB<sub>6</sub>. В центре куба находится атом лантана, а в его вершинах размещены октаэдры из атомов бора. Связи между атомами лантана и бора осуществляются за счет делокализованных электронов, что обеспечивает металлическую проводимость (удельное электросопротивление  $\sim 6,25$  мкОм·см), а связи между атомами бора в октаэдрах и между октаэдрами соседних ячеек являются ковалентными, что обеспечивает гексабориду лантана высокие механические свойства [1]. Механические свойства монокристаллов LaB<sub>6</sub> ранее исследовали методом микроиндентирования [3]. Установлено, что микротвердость  $H_V$  плоскости (001) монокристалла LaB<sub>6</sub> при нагрузке 0,98 Н равна 25 ГПа. Кроме того, величина микротвердости быстро снижалась с увеличением нагрузки на индентор. Образование радиальных трещин из углов отпечатка позволило определить трещиностойкость плоскости (001) LaB<sub>6</sub>, которая оказалась равной 1,8 МПа м<sup>0,5</sup>. Таким образом, было установлено, что это твердый и хрупкий материал, который по своим механическим свойствам близок к монокристаллу сапфира (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>).

В последнее время для измерения твердости материалов получил широкое распространение метод наноиндентирования. Во время таких испытаний регистрируется зависимость перемещения вершины индентора от приложенной нагрузки. Анализ кривой разгрузки индентора позволяет находить твер-

дость и модуль упругости образца без измерения размеров отпечатка прямыми методами. Это дает возможность проводить испытания на твердость при глубинах отпечатка менее 100 нм. При таких глубинах размер отпечатка в монокристаллах может быть намного меньше среднего расстояния между дислокациями, что позволяет исследовать механические свойства материалов с квазисовершенной кристаллической решеткой. Раньше подобные исследования были возможны только на нитевидных кристаллах пластичных материалов, в первую очередь металлов, диаметром менее 10 мкм. Преимуществами метода наноиндентирования в данном случае являются простые требования к образцам (нет необходимости выращивать нитевидные кристаллы) и возможность проведения испытаний хрупких, в том числе и сверхтвердых бездефектных материалов.

В настоящей работе методом наноиндентирования изучено влияние структурного совершенства гексаборида лантана на его механические свойства.

### ЭКСПЕРИМЕНТ

Монокристаллы гексаборида лантана получали методом электроннолучевой бестигельной зонной плавки в среде инертного газа [4]. С этой целью прессовались цилиндрические заготовки диаметром 10 мм и длиной 140 мм из смеси порошков  $\text{LaB}_6$  дисперсностью менее 40 мкм и 2 % (по массе) аморфного бора чистотой 98,8 %.

Наноиндентирование проводили на свежем сколе монокристалла  $\text{LaB}_6$  по плоскости совершенной спайности (001). Для исследования влияния состояния поверхности образца были также проведены испытания плоскости (001)  $\text{LaB}_6$  после механического полирования, которое проводили в два этапа. Первичную полировку проводили на чугунах, шаржированном алмазным порошком зернистостью от 14 до 20 мкм. Окончательную полировку выполняли на замше алмазным порошком зернистостью от 3 до 5 мкм. Для сравнения был также испытан монокристалл (0001) сапфира (The Roditi International Corp., London, UK, механо-химическое полирование), механические свойства которого хорошо изучены и который является эталоном материала с высокой твердостью. Испытания проводили на нанотвердомере Nano Indenter-II (Nano Instrument Innovation Center, Oak Ridge, TN, USA) трехгранным индентором Берковича с радиусом притупления в вершине около 410 нм. Основная часть испытаний была проведена при нагрузке 10 мН (30 отпечатков). Отпечатки наносили на расстоянии 20 мкм друг от друга. Скорость роста нагрузки была равна 0,25 мН/с. Во время разгрузки производили остановку на 50 с для измерения скорости теплового расширения стержня индентора.

Исходными данными, полученными при наноиндентировании, являются нагрузка, перемещение индентора и время. Данные обычно представляют в виде зависимости нагрузки от перемещения (рис. 1). Диаграмма внедрения, полученная с применением пирамидального индентора, содержит полную информацию о механическом поведении материала. Поэтому из диаграммы, в принципе, можно извлечь такие характеристики, как твердость, предел текучести, коэффициент деформационного упрочнения, контактная жесткость, модуль упругости, чувствительность к скорости деформации, показатели ползучести и т. д. Современные нанотвердомеры позволяют получить диаграмму внедрения индентора с высокой точностью по нагрузке и по перемещению. Сложнее обстоит ситуация с анализом получаемых диаграмм

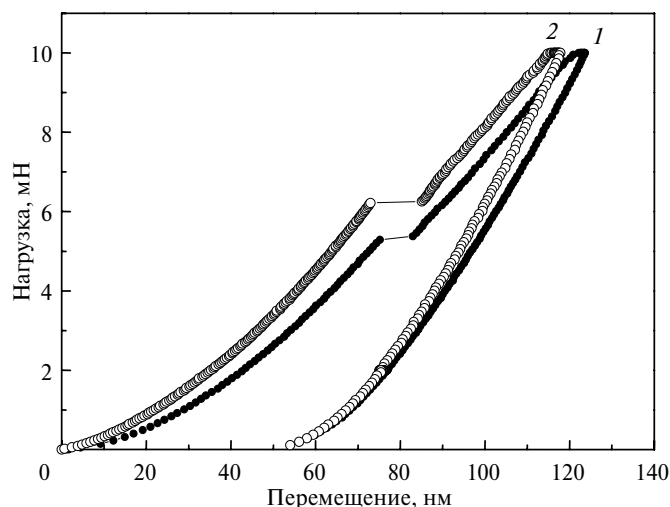


Рис. 1. Диаграмма внедрения индентора Берковича для монокристаллов  $\text{LaB}_6$  и сапфира (максимальная нагрузка  $P_{\text{max}} = 10$  мН): 1 – гексаборид лантана (скол по плоскости (001)); 2 – сапфир (механо-химическое полирование, плоскость (0001)).

внедрения индентора в образец. При внедрении острой пирамиды неизбежно возникает пластическая деформация, поэтому интерпретация полученных экспериментальных данных затруднена. Кроме того, отсутствуют аналитические модели контакта для случая упругопластической деформации. Все это привело к тому, что наиболее распространенные методы анализа упругопластического контакта острой пирамиды с плоской поверхностью основаны на аналитических решениях упругих контактных задач для осесимметричных жестких штампов и изотропного полубесконечного пространства. Считается, что разгрузка индентора является чисто упругим процессом и эти решения применимы для анализа кривой разгрузки. Наиболее распространенным методом анализа в этом случае является метод Оливера и Фара [5]. Сложность анализа кривой разгрузки индентора заключается в том, что прибор в процессе испытаний измеряет не глубину отпечатка  $h_c$ , а перемещение вершины индентора  $h$ , которое равно сумме глубины отпечатка  $h_c$  и упругого прогиба поверхности образца на краю отпечатка  $h_s$  (рис. 2). Анализ данных наноиндентирования по Оливеру и Фару начинается аппроксимацией кривой разгрузки степенной функцией

$$P = B(h - h_f)^m, \quad (1)$$

где  $P$  – нагрузка;  $h$  – перемещение;  $B$  и  $m$  – коэффициенты;  $h_f$  – глубина отпечатка после полной разгрузки (см. рис. 2). Используя полученные коэффициенты  $B$  и  $m$ , находят жесткость контакта  $S$  (тангенс угла наклона начального участка кривой разгрузки индентора):

$$S = \frac{dP}{dh} = mB(h_{\text{max}} - h_f)^{m-1}. \quad (2)$$

Оливер и Фар показали [5], что упругий прогиб поверхности образца на краю контакта при максимальной нагрузке на индентор равен

$$h_s = \varepsilon \frac{P_{\text{max}}}{S}, \quad (3)$$

где  $\varepsilon$  – константа, равная 0,75 для индентора Берковича. Используя уравнения (2) и (3), можно найти глубину отпечатка  $h_c$  при максимальной нагрузке на индентор, площадь проекции отпечатка  $A$ , твердость  $H$  и модуль упругости  $E$  образца. Метод Оливера и Фара авторы применяли для определения твердости и модуля упругости монокристаллов  $\text{LaV}_6$  и сапфира при анализе кривых разгрузки индентора. Зависимость среднего контактного давления (СКД) от перемещения на участке роста нагрузки на индентор находили по методу, предложенному в [6].

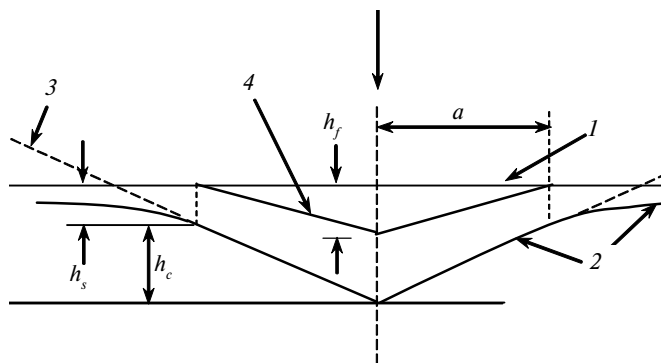


Рис. 2. Схематическое представление сечения отпечатка: 1 – исходная поверхность; 2 – поверхность под нагрузкой; 3 – индентор; 4 – поверхность после снятия нагрузки.

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Типичная диаграмма внедрения индентора Берковича для монокристалла гексаборида лантана с низкой плотностью дислокаций (скол по плоскости (001)) приведена на рис. 1. Видно характерную особенность – образование скачка деформации (*pop-in*) на кривой внедрения индентора при критической нагрузке  $P_{crit} \approx 6$  мН и  $h \approx 80$  нм. Если проводить испытания при нагрузке меньшей образования провала, то наблюдается чисто упругая диаграмма нагружения – участки роста нагрузки и ее снижения накладываются друг на друга (рис. 3). Следовательно, скачок деформации на кривой внедрения – это резкий упругопластический переход в зоне контакта вершины индентора с поверхностью образца. Такое механическое поведение на наноуровне хорошо изучено для монокристаллов металлов и вызвано зарождением дислокаций в предварительно свободной от дислокации области под отпечатком [7–9]. Насколько авторам известно, это первое наблюдение *pop-in* для монокристалла  $\text{LaV}_6$ . Общепринятая точка зрения на причину образования скачка деформации на кривой внедрения индентора следующая. При глубинах отпечатка меньше 100 нм размер контакта становится намного меньше среднего расстояния между дислокациями в монокристалле. Поэтому велика вероятность, что дислокации в области под отпечатком отсутствуют. В этом случае напряжения в контакте растут, а деформация остается чисто упругой. И только при сдвиговых напряжениях, близких к теоретической прочности кристалла на сдвиг, в зоне под отпечатком происходит локальная потеря устойчивости кристаллической решетки, гомогенное зарождение первой дислокационной петли и ее лавинообразное размножение. В результате наблюдается резкий переход от упругой к упругопластической деформации в зоне контакта (см. рис. 1). Следовательно, кривая внедрения индентора до *pop-in* – это четко выраженный участок упругой деформации в зоне контакта. Таким образом, для монокристаллов  $\text{LaV}_6$  и сапфира на диаграммах внедрения инденто-

ра Берковича есть два участка упругой деформации в контакте – начальный участок кривой внедрения до упругопластического перехода и кривая разгрузки индентора. Анализ начального упругого участка дает нам возможность оценить механические свойства образца до начала пластического течения в зоне контакта. Анализ кривой разгрузки по методу Оливера и Фара использовался нами для оценки твердости и модуля упругости  $\text{LaB}_6$  после того, как в зоне контакта произошла большая пластическая деформация.

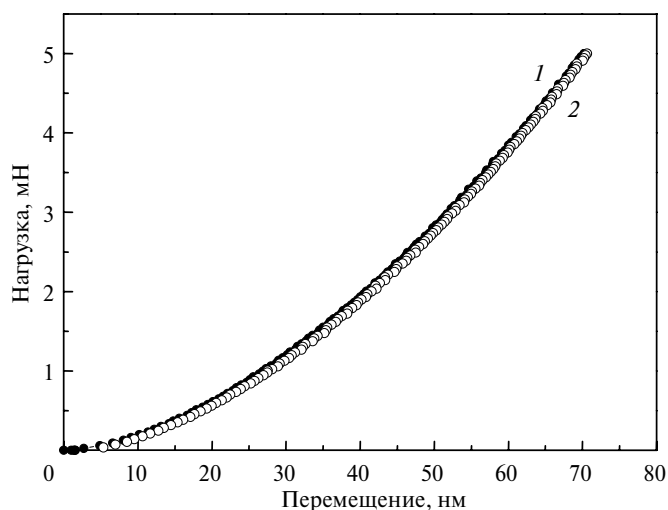


Рис. 3. Диаграмма внедрения индентора Берковича для монокристалла  $\text{LaB}_6$  (скол по плоскости (001), нагрузка 5 мН): 1 – рост нагрузки; 2 – разгрузка индентора.

### Твердость и модуль упругости (анализ кривой разгрузки по Оливеру и Фару)

Результаты определения твердости и модуля упругости монокристаллов  $\text{LaB}_6$  (свежий скол) и сапфира (механо-химическое полирование) приведены в табл. 1. Видно, что твердость плоскости (001)  $\text{LaB}_6$  и плоскости (0001) сапфира совпадают в пределах разброса результатов испытаний и находятся на уровне 30 ГПа. Полученная для сапфира величина твердости хорошо совпадает с опубликованными ранее результатами, что говорит о надежности калибровки нанотвердомера. Модуль упругости для  $\text{LaB}_6$  (384 ГПа) заметно ниже, чем для сапфира (439 ГПа). Более низкий модуль упругости при примерно одной и той же твердости приводит к тому, что для гексаборида лантана упругое восстановление глубины отпечатка выше, чем для сапфира (см. рис. 1). В результате доля работы упругой деформации при внедрении индентора Берковича для  $\text{LaB}_6$  выше, чем для сапфира. Следствием этого является более низкий параметр пластичности  $\delta$  [10] для гексаборида лантана по сравнению с сапфиром.

### Предельная твердость монокристалла $\text{LaB}_6$ (анализ упругого участка кривой внедрения индентора Берковича)

При наноиндентировании для всех отпечатков в  $\text{LaB}_6$  на кривой внедрения наблюдали резкое увеличение глубины отпечатка на  $\sim 10$  нм (*pop-in*) за время менее 0,17 с. *Pop-in* образовывался на глубинах 70–80 нм при нагрузке  $7,2 \pm 0,7$  мН. Как уже отмечалось, на участке кривой внедрения до *pop-in* в контакте индентора с образцом имела место только упругая деформация,

поэтому для анализа начального участка можно применить контактную теорию упругости. По данным атомно-силовой микроскопии, радиус затупления в вершине индентора Берковича для прибора, на котором проводили испытания, равен  $\sim 407$  нм [11]. Таким образом, при глубинах контакта меньше 25 нм деформирование поверхности образца осуществляется сферическим затуплением вершины индентора Берковича. Для сферического индентора связь нагрузки  $P$  и упругого перемещения  $h$  задается уравнением Герца [12]

$$P = \frac{4}{3} E_r R^{0.5} h^{1.5}, \quad (4)$$

где  $R$  – радиус сферы;  $E_r$  – приведенный модуль упругости. Отсюда, зная радиус затупления, можно определить модуль упругости образца  $E$ . Глубина упругого контакта при внедрении сферического индентора равна половине перемещения индентора. Поэтому уравнение Герца в нашем случае можно применять при перемещениях от нуля до 50 нм. Расчетная кривая  $P-h$ , полученная из уравнения (4), в диапазоне от нуля до 50 нм лучше всего совпадает с экспериментальной при модуле упругости  $E$  равном 360 ГПа (рис. 4). Следовательно, модуль упругости гексаборида лантана равен 360 ГПа при анализе начального упругого участка и 384 ГПа при анализе кривой разгрузки индентора.

**Таблица 1. Результаты определения твердости  $H$ , модуля упругости  $E$  и характеристики пластичности  $\delta$  монокристаллов  $\text{LaB}_6$  и сапфира, полученные при анализе кривой разгрузки индентора (нагрузка 10 мН)**

Монокристалл	$E$ , ГПа	$H$ , ГПа	$H/E$	$\delta$
$\text{LaB}_6$ , скол по плоскости (001)	$384 \pm 8$	$30,2 \pm 1,7$	0,079	0,43
$\text{LaB}_6$ , плоскость (001) после механического полирования	$393 \pm 12$	$34,8 \pm 0,9$	0,089	0,35
$\text{Al}_2\text{O}_3$ , плоскость базиса	$439 \pm 6$	$29,9 \pm 0,5$	0,068	0,55

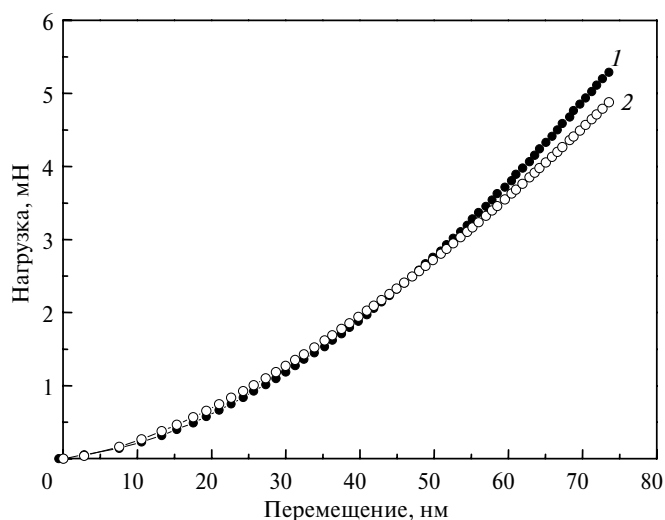


Рис. 4. Расчетная (уравнение Герца) и экспериментальная кривые упругого участка внедрения индентора для монокристалла  $\text{LaB}_6$ : 1 – эксперимент, 2 – расчет для модуля упругости, равного 360 ГПа.

Максимальные сдвиговые напряжения в зоне контакта для сферического индентора равны [12]

$$\tau_{\max} = \frac{1}{2} |\sigma_1 - \sigma_3| \quad (5)$$

где  $\sigma_1$  и  $\sigma_3$  – главные напряжения. Величина  $\tau_{\max}$  достигает наибольшего значения  $\tau_{crit}$  прямо под центром контакта ( $r = 0$ ) на расстоянии равном 0,48 радиуса контакта  $a$  под поверхностью образца [12]:

$$\tau_{crit} = [0,61 - 0,23(1 + \nu)] p_{\max} \approx 0,47 p_{mean}, \quad (6)$$

где  $p_{mean}$  – среднее контактное давление при упругом контакте жесткой сферы с плоской поверхностью:

$$p_{mean} = \frac{3}{2} \left( \frac{6PE_r^2}{\pi^3 R^2} \right)^{1/3} \quad (7)$$

Из уравнений (6) и (7) получаем, что критические сдвиговые напряжения  $\tau_{crit}$  при  $P = P_{crit}$  для LaB<sub>6</sub> в среднем равны 27,6 ГПа (табл. 2). Известно, что теоретическая прочность на сдвиг кристаллов равна  $G/2\pi$ . Для LaB<sub>6</sub> получаем, что теоретическая прочность на сдвиг равна 24,5 ГПа (модуль сдвига LaB<sub>6</sub>  $G$  равен 154 ГПа). Таким образом, максимальные сдвиговые напряжения в зоне контакта в момент упругопластического перехода близки к теоретической прочности LaB<sub>6</sub> при сдвиге. Следовательно, для LaB<sub>6</sub> в момент образования *pop-in* на кривой внедрения индентора при нагрузке  $P_{crit}$  происходит гомогенное зарождение дислокаций в зоне контакта. Поэтому СКД в момент образования *pop-in* (57 ГПа) позволяет экспериментально оценить максимально возможную для данного монокристалла твердость (теоретическую или предельную твердость [13]). Это твердость квазисовершенной кристаллической решетки, когда в зоне контакта нет дислокаций. После образования *pop-in* твердость падает до 30 ГПа. Это твердость монокристалла LaB<sub>6</sub> на стадии развитого пластического течения, когда в зоне контакта уже появились первые дислокации.

**Таблица 2. Результаты определения нагрузки  $P_{crit}$  образования скачка деформации (*pop-in*) на кривой внедрения индентора, критических сдвиговых напряжений  $\tau_{crit}$  и твердости  $H_{ult}$  в момент упругопластического перехода для монокристаллов LaB<sub>6</sub> и сапфира**

Монокристалл	$P_{crit}$ , мН	$\tau_{crit}$ , ГПа	$H_{ult}$ , ГПа
(001) LaB <sub>6</sub>	7,2±0,7	27,6±1,0	57,0±2,1
(0001) Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	7,7±1,9	30,1±2,6	62,1±5,4

#### Деформационное упрочнение поверхности монокристалла LaB<sub>6</sub> при механическом полировании

Диаграмма внедрения индентора для плоскости (001) монокристалла LaB<sub>6</sub> после механического полирования приведена на рис. 5. В результате механического полирования произошли существенные изменения в механическом поведении и механических свойствах монокристалла LaB<sub>6</sub>. Скачок деформации на кривой внедрения индентора отсутствует. Полирование привело к уменьшению глубины отпечатка по сравнению со сколом. Твердость после полирования поверхности образца повысилась на 5 ГПа (при нагрузке

10 мН). Известно, что при полировании алмазными порошками на поверхности монокристалла сапфира образуется сильно деформированный слой толщиной около 100–200 нм с высокой плотностью дислокаций [14]. Формирование деформированного слоя вызвано сдвиговыми напряжениями, возникающими при движении алмазных частиц по поверхности образца во время механического полирования. Поэтому можно предположить, что при полировании монокристалла LaV<sub>6</sub> алмазными порошками также произошло образование приповерхностного деформированного слоя с высокой плотностью дислокаций, что и вызвало повышение твердости. Другим следствием полирования поверхности образца является то, что даже при малых глубинах отпечатка размер его диагонали будет намного больше среднего расстояния между дислокациями. Высокая плотность дислокаций облегчила начало пластического течения в контакте. Поэтому *pop-in* на кривой внедрения исчез, упругопластический переход стал плавным, и он начинается при намного более низких сдвиговых напряжениях под отпечатком, чем в случае испыта-

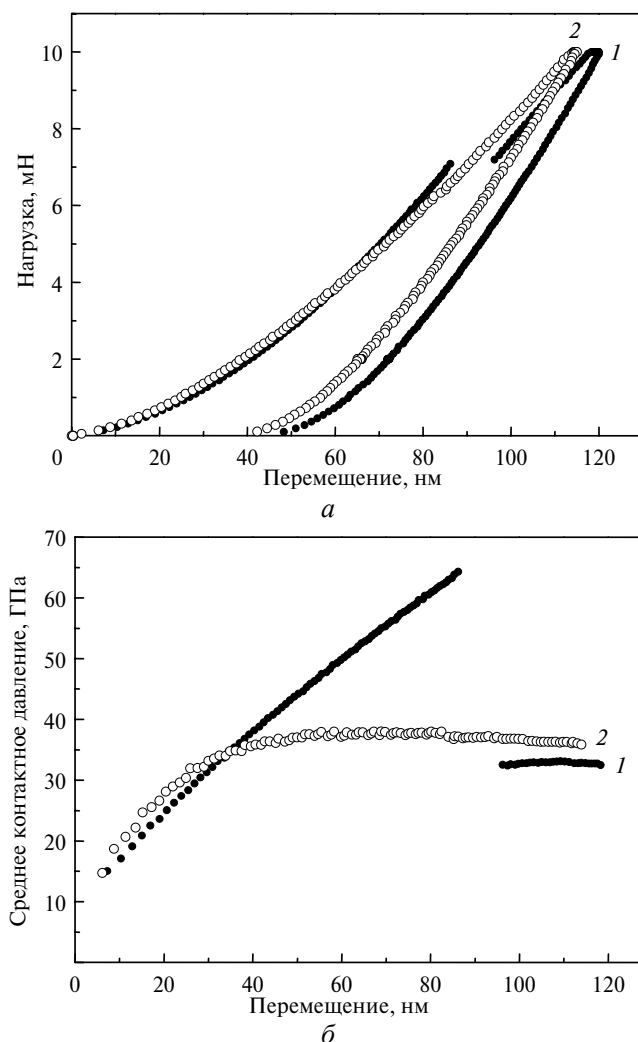


Рис. 5. Влияние механической полировки поверхности монокристалла LaV<sub>6</sub> алмазным порошком на диаграмму внедрения индентора (а) и зависимость среднего контактного давления от перемещения вершины индентора (б): 1 – скол по плоскости спайности; 2 – механическая полировка.



ния скола по плоскости спайности (см. рис. 5). Раньше деформационное упрочнение поверхности образца при механическом полировании абразивами наблюдали только для материалов с высокой подвижностью дислокаций, например для металлов. Так, твердость поверхностного слоя меди после механического полирования повышается в два с лишним раза по сравнению с электрополированием [15]. Полученные результаты показывают, что деформационное упрочнение поверхности образца при механическом полировании возможно и для такого твердого и малопластичного материала, как  $\text{LaB}_6$ .

Механическое полирование исключительно благоприятно повлияло на механические свойства поверхности монокристалла  $\text{LaB}_6$ . Повысилась не только твердость, но и отношение  $H/E$  (модуль упругости в результате полирования практически не изменился). Известно, что рост отношения  $H/E$  приводит к росту износостойкости [16, 17]. Обычный путь повышения отношения  $H/E$  – получение материалов в виде тонких нанокompозитных покрытий [17]. Формирование нанокompозита приводит к росту твердости  $H$  и снижению модуля упругости  $E$ , в результате чего отношение  $H/E$  растет. Полученные в работе результаты показывают, что повышение отношения  $H/E$  можно получить и другим путем – деформационным упрочнением поверхности материалов при механическом полировании алмазными порошками.

## ВЫВОДЫ

При проведении испытаний методом наноиндентирования впервые для монокристалла  $\text{LaB}_6$  наблюдали образование *pop-in* на кривой внедрения индентора, вызванное гомогенным зарождением дислокаций в предварительно свободной от дислокаций области под отпечатком. Это позволило исследовать механические свойства монокристалла  $\text{LaB}_6$  с квазисовершенной кристаллической решеткой.

Показано, что пластическое течение для монокристалла  $\text{LaB}_6$  при отсутствии дислокаций в области контакта начинается при сдвиговых напряжениях, близких к его теоретической прочности при сдвиге (27 ГПа). Твердость  $\text{LaB}_6$  в этом случае равна 57 ГПа – это его предельная (теоретическая) твердость. После зарождения дислокаций в отпечатке твердость падает до 30 ГПа (реальная твердость  $\text{LaB}_6$ ).

В работе впервые наблюдали деформационное упрочнение поверхностного слоя монокристалла  $\text{LaB}_6$  в результате механического полирования алмазными порошками. Твердость монокристалла  $\text{LaB}_6$  на глубине 120 нм увеличилась (до 35 ГПа) по сравнению с неполированной поверхностью (30 ГПа). Модуль упругости при этом практически не изменился. После механического полирования стало большим отношение  $H/E$  для гексаборида лантана, что должно привести к повышению износостойкости его поверхности.

*Методом наноіндентування вперше досліджено специфіку пружнопластичного переходу у монокристалах гексабориду лантана при локалізації деформації у субмікронній області як у випадку низької (відкол), так і високої (механічна поліровка) густини дислокацій у зразку. При випробуваннях на відколі монокристалу по площині довшеної спайності (001) спостерігали різкий пружнопластичний перехід (pop-in) внаслідок гомогенного зародження дислокацій в області контакту при зсувних напругах, близьких до теоретичної міцності  $\text{LaB}_6$  на зсув. Після механічної поліровки пружнопластичний перехід при заглибленні індентора відбувався плавно внаслідок руху і розмноження вже існуючих в області контакту дислокацій. Деформаційне зміцнення поверхні зразка викликало підвищення твердості на 5 ГПа при глибині відбитку 120 нм.*

**Ключові слова:**  $\text{LaB}_6$ , сапфір, наноіндентування, пружнопластичний перехід, теоретична міцність під час зсуву.

*The nanoindentation has been used to study a specificity of the elastoplastic transition in a lanthanum hexaboride single crystal during the localization of the deformation in a submicron region both with a low (cleavage) and high (mechanical polishing) dislocation density in a sample. An abrupt elastoplastic pop-in due to a homogeneous nucleation of dislocations in the contact region in shear stresses close to the theoretical shear strength of LaB<sub>6</sub> in value has been observed in testing the single crystal cleavage on the (001) plane. On mechanical polishing the elastoplastic pop-in during the indentation has been smoothed because of the motion and multiplication of dislocations already existing in the contact region. The increase of the hardness by 5 GPa in an imprint depth of 120 nm has been caused by the deformation hardening of the sample surface.*

**Keywords:** LaB<sub>6</sub>, sapphire, nanoindentation, elastoplastic transition, theoretical shear strength.

1. Самсонов Г. В., Виницкий И. М. Тугоплавкие соединения: Справ. – М.: Металлургия, 1976. – 558 с.
2. Кудинцева Г. А., Мельников А. И., Морозов А. В., Никонов Б. П. Получение спеченных катодов из чистого гексаборида лантана и изучение их эмиссионных свойств // Изв. АН СССР. Неорг. материалы. – 1968. – 4, № 1. – С. 49–53.
3. Морозов В. В., Мальнев В. И., Дуб С. Н. и др. Микротвердость и устойчивость к ионной бомбардировке монокристаллов LaB<sub>6</sub> // Там же. – 1984. – № 8 – С. 1421–1423.
4. Лобода П. И. Надтверді напрямлено армовані композиційні матеріали на основі тугоплавких сполук // Металознавство та термічна обробка металів. – 1998. – № 1–2. – С. 36–42.
5. Oliver W. C., Pharr G. M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments // J. Mater. Res. – 1992. – 7, N 6. – P. 1564–1583.
6. Dub S., Novikov N., Milman Yu. 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.
7. Michalske T. A., Houston J. E. Dislocation nucleation at nano-scale mechanical contacts // Acta Mater. – 1998. – 46, N 2. – P. 391–396.
8. Lorenz D., Zeckzer A., Hilpert U. et al. Pop-in effect as homogeneous nucleation of dislocations during nanoindentation // Phys. Rev. B. – 2003. – 67. – P. 1721010.
9. Головин Ю. И., Дуб С. Н. Скачкообразный переход от упругого к упругопластическому деформированию на начальной стадии нанопрофилирования // Докл. РАН. – 2003. – 393, № 2. – С. 180–183.
10. Milman Yu. V., Galanov B. A., Chugunova S. I. Plasticity characteristic obtained through hardness measurement // Acta Metall. Mater. – 1993. – 41, N 9. – P. 2523–2532.
11. Куц В. И., Дуб С. Н., Литвин П. М. Определение модуля Юнга по упругому участку кривой нагружения индентора Берковича // Сверхт. материалы. – 2007. – № 4. – С. 40–48.
12. Джонсон К. Механика контактного взаимодействия. – М.: Мир, 1989. – 510 с.
13. Фирстов С. А., Роголь Т. Г. Теоретическая (предельная) твердость // Доп. НАН України. – 2007. – № 4. – С. 110–114.
14. Saitow T., Hirayama T., Yamamoto T., Ikuhara Y. Lattice strain and dislocations in polished surfaces on sapphire // J. Am. Ceram. Soc. – 2005. – 88, N 8. – P. 2277–2285.
15. Шмегера Р. С., Дуб С. Н. Исследование механического поведения нанобъемов высокочистой меди // Сверхтв. материалы. – 2005. – № 1. – С. 39–43.
16. Novikov N. V., Voronkin M. A., Dub S. N. et al. Transition from polymer-like to diamond-like a-C:H films: Structure and mechanical properties // Diamond Relat. Mater. – 1997. – 6, N 5–7. – P. 574–578.
17. Leyland A., Matthews A. On the significance of the H/E ratio in wear control: a nanocomposite coating approach to optimised tribological behaviour // Wear. – 2000. – 246. – P. 1–11.

Ин-т сверхтвердых материалов  
им. В. Н. Бакуля НАН Украины  
Национальный технический ун-т “КПИ”

Поступила 18.04.12