

# Получение, структура, свойства

УДК 620.178.015

**Б. А. Галанов<sup>1</sup>, Ю. В. Мильман<sup>1</sup>, С. А. Ивахненко<sup>2</sup>,  
Е. М. Супрун<sup>2\*</sup>, С. И. Чугунова<sup>1</sup>, А. А. Голубенко<sup>1</sup>,  
В. Н. Ткач<sup>2</sup>, П. М. Литвин<sup>3</sup>, И. В. Воскобойник<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>Институт проблем материаловедения им. И. Н. Францевича  
НАН Украины, г. Киев, Украина

<sup>2</sup>Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля  
НАН Украины, г. Киев, Украина

<sup>3</sup>Институт физики полупроводников им. В. Е. Лашкарева  
НАН Украины, г. Киев, Украина

\*alona\_suprun@mail.ru

## **Усовершенствованная ядерная модель индентирования и ее применение для измерения твердости алмаза**

*Предложена модель индентирования коническими и пирамидальными инденторами, в которой не только образец, но и индентор деформируются упруго-пластически, и их материалы удовлетворяют условию текучести Мизеса. Такие условия характерны для измерения твердости алмаза алмазным индентором. Предлагаемая модель обобщает и уточняет известную упрощенную модель Джонсона с упруго деформируемым индентором. Модель позволяет приблизительно определять размеры упруго-пластических зон в инденторе и образце, эффективный угол при вершине индентора под нагрузкой, а также эффективные углы индентора и отпечатка после их разгрузки. На основе этой модели разработана методика определения пределов текучести образца  $Y_S$  и индентора  $Y_i$ , в которой к теоретическим соотношениям модели индентирования добавлены соотношения, использующие экспериментальные значения эффективного угла отпечатка в образце и измеренные значения твердости по Мейеру  $HM$  (среднего контактного давления). Разработанная вычислительная методика была использована в экспериментах по индентированию синтетического алмаза при температуре 900 °С (при которой алмаз имеет заметные пластические свойства) с применением пирамидальных инденторов из природного алмаза с различными углами при вершине. Согласно предложенной модели, были исследованы напряженно-деформированные состояния образцов и инденторов и определены их пределы текучести и характеристика пластичности. Построена кривая деформации алмаза в координатах напряжение–общая деформация. Исследовано также деформационное упрочнение алмаза.*

© Б. А. ГАЛАНОВ, Ю. В. МИЛЬМАН, С. А. ИВАХНЕНКО, Е. М. СУПРУН, С. И. ЧУГУНОВА, А. А. ГОЛУБЕНКО,  
В. Н. ТКАЧ, П. М. ЛИТВИН, И. В. ВОСКОБОЙНИК, 2016

**Ключевые слова:** алмаз, механические свойства, твердость, предел текучести, деформационное упрочнение, атомно-силовая микроскопия.

## ВВЕДЕНИЕ

Алмаз является широко используемым инструментальным материалом, поэтому его механические свойства представляют значительный интерес. Однако в связи с большой хрупкостью алмаза стандартные механические испытания (например изгиб или сжатие) оказываются мало информативными. Наиболее часто для характеристики механических свойств алмаза используют его микротвердость [1–23]. При этом особый интерес представляет измерение микротвердости алмаза при повышенных температурах, где хрупкое разрушение оказывает незначительное влияние на величину твердости [9]. Поскольку алмаз является наиболее твердым кристаллом, который можно использовать для изготовления инденторов, то индентирование образцов алмаза для определения твердости проводят алмазными инденторами. Естественно, что при этом не только образец, но и индентор претерпевает упруго-пластическую деформацию, что существенно влияет на значение микротвердости. Существующие теоретические модели индентирования [24–37 и др.] не учитывают пластическую составляющую деформации индентора. В этих моделях предполагается, что индентор претерпевает только упругую деформацию.

В связи с этим наибольший теоретический и практический интерес представляет разработанная Джонсоном ядерная модель внедрения индентора [24, 25]. Настоящая работа дополняет фундаментальные исследования Джонсона усовершенствованной моделью индентирования, которая обобщает его результаты на случай одновременного упруго-пластического деформирования как образца, так и индентора, и учитывает упругую сжимаемость материала под индентором (что особенно важно для учета существенной сжимаемости алмаза, для которого коэффициент Пуассона  $\nu \approx 0,07$ ).

Таким образом, цель настоящей работы можно представить тремя задачами:

- разработать усовершенствованную ядерную модель внедрения индентора, которая учитывает упруго-пластическую деформацию не только образца, но и индентора, а также учитывает упругую сжимаемость материала образца под индентором;
- на основании усовершенствованной модели разработать методику более точного определения твердости алмаза, расчета его предела текучести и параметров деформационного упрочнения;
- используя развитые ранее авторами представления об упруго-пластической деформации под индентором [31, 33], рассчитать на основании полученных результатов значение средней упругой и пластической деформации при индентировании алмаза.

## ОСНОВНЫЕ ГИПОТЕЗЫ МОДЕЛИ ИНДЕНТИРОВАНИЯ И НАПРЯЖЕННО-ДЕФОРМИРОВАННОГО СОСТОЯНИЯ

Рассматривали новую приближенную модель внедренного ядра типа [24, 25] с упруго-пластическим деформированием как индентора, так и образца. Также как и для [24, 25], основой модели является решение Хилла [32] для задачи расширения сферической полости в упруго-пластической среде с условием течения Мизеса и предполагается отсутствие трения в области контакта.

Кроме того, предполагали, что поверхность контакта индентора и плоского образца после деформации является такой же, как поверхность индентора:  
 – сферической, если индентор имеет сферическую поверхность;  
 – конической, если индентор имеет коническую поверхность;  
 – пирамидальной, если индентор имеет пирамидальную поверхность, и т. д.

После разгрузки, которая предполагается упругой, поверхности индентора и образца обладают тем же свойством, т. е. они являются поверхностями того же типа, что и индентор, и в начале повторного нагружения касаются в одной точке.

### Уравнения модели

На рис. 1 дана схема модели контактного взаимодействия острого индентора и образца для случая, когда радиусы  $c$  ядер в образце и инденторе совпадают, при этом верхняя часть ядра принадлежит индентору, нижняя – образцу. Пунктиром показан недеформированный индентор и приняты обозначения:  $\psi$  – величина угла между поверхностью индентора и его осью  $x_i$  после деформации под нагрузкой;  $0 \leq r \leq c$  – область ядра;  $c \leq r \leq b_S$  и  $c \leq r \leq b_i$  – соответственно шаровые слои образца и индентора, где произошли упруго-пластические деформации;  $r \geq b_S$  и  $r \geq b_i$  – соответственно области упругой деформации образца и индентора.

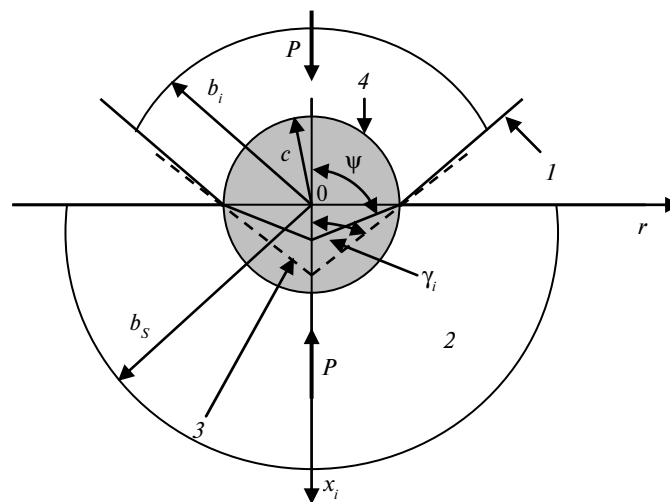


Рис. 1. Схема взаимодействия индентора (1) и образца (2) под нагрузкой  $P$ ,  $\psi \geq \gamma_i$ : недеформированный индентор (3), ядро (4).

Для упрощения изложения в начале рассматривали конический индентор (см. рис. 1) в предположении несжимаемости материала ядер [24, 25] при их пластическом течении.

В соответствии со сделанными допущениями, условия несжимаемости (сохранения объема) ядер (аналогичные уравнениям (6.34) в [25] и (19) в [24]) образца и индентора имеют вид

$$2\pi c^2 du_S(c) = \pi c^2 dh_S = \pi c^2 \cot \psi dc; \quad (1)$$

$$2\pi c^2 du_i(c) = \pi c^2 dh_i = \pi c^2 (\cot \gamma_i - \cot \psi) dc. \quad (2)$$

Здесь и далее индексы  $i$  и  $S$  относятся к индентору и образцу соответственно,  $u(r)$  – радиальное перемещение в точке, зависящее от ее координаты  $r$ . Остальные обозначения в (1), (2) поясняет рис. 2.

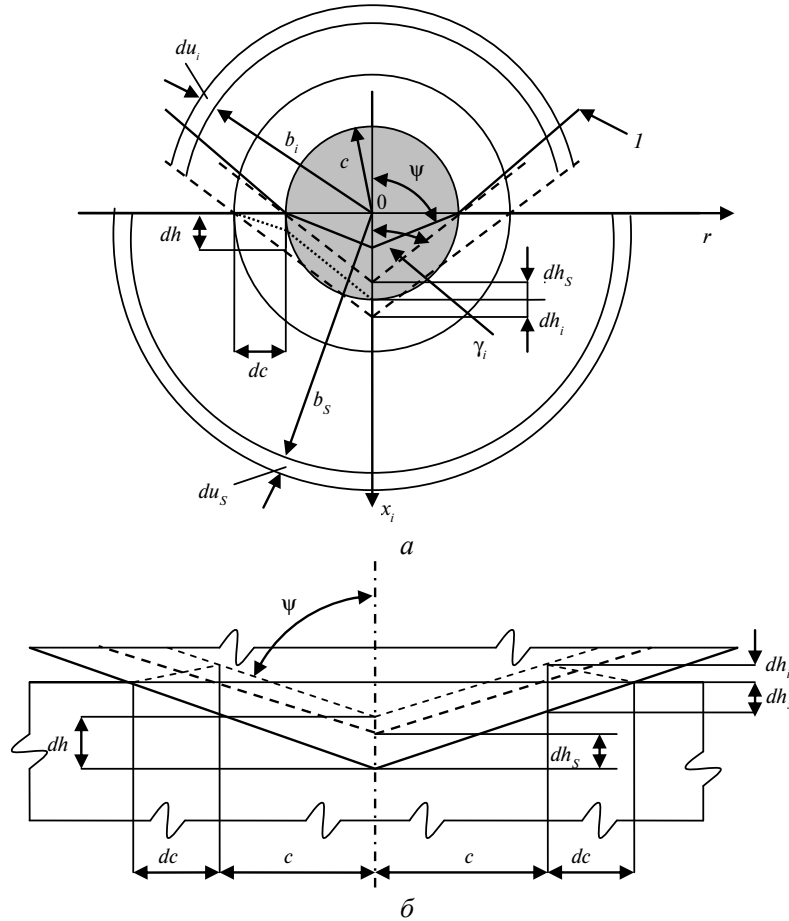


Рис. 2. Схема приращений  $du_i$ ,  $du_s$  пластических зон в инденторе ( $I$ ) и образце при их сближении на расстояние  $dh = dh_s + dh_i = \cot \gamma_i dc$ ;  $dh_s = \cot \psi dc$ ,  $dh_i = (\cot \gamma_i - \cot \psi)dc$  и соответствующее приращение ядра  $dc$  ( $a$ ); схема контакта индентора и образца после их сближения на  $dh$  ( $b$ ).

На основании соотношений (1), (2) уравнения, определяющие относительные размеры  $b_i/c$ ,  $b_s/c$  упруго-пластических зон в инденторе и образце (см. рис. 1) и соответствующие уравнениям (6.35) [25] и (20) [24], имеют вид:

$$6(1 - \nu_i)(b_i/c)^3 - 4(1 - 2\nu_i) = E_i(\cot \gamma_i - \cot \psi)/Y_i, \quad (3)$$

$$6(1 - \nu_s)(b_s/c)^3 - 4(1 - 2\nu_s) = (E_s \cot \psi)/Y_s, \quad (4)$$

где  $E_s$ ,  $E_i$  – модули Юнга,  $\nu_s$ ,  $\nu_i$  – коэффициенты Пуассона, а  $Y_s$  и  $Y_i$  – пределы текучести образца и индентора соответственно.

При одинаковых материалах индентора и образца из этих уравнений непосредственно следует уравнение для определения величины эффективного угла  $\psi$ , образовавшегося в контактной паре индентор–образец под нагрузкой:

$$\cot \psi = \cot \gamma_i - \cot \psi, \quad (5)$$

откуда для угла  $\psi$  имеем уравнение

$$\cot \psi = \frac{1}{2} \cot \gamma_i.$$

Уравнения (3), (4) дополняются уравнением равновесия ядра ( $r \leq c$ ):

$$Y_S \left( \frac{2}{3} + 2 \ln \frac{b_S}{c} \right) = Y_i \left( \frac{2}{3} + 2 \ln \frac{b_i}{c} \right), \quad (6)$$

которое устанавливает связь между относительными размерами зон пластичности образца и индентора. Правая и левая части уравнения (6) определяют среднее давление  $HM = \frac{P}{\pi c^2}$  на ядро [24, 25], т. е. твердость по Мейеру

$$HM = Y_S \left( \frac{2}{3} + 2 \ln \frac{b_S}{c} \right) = Y_i \left( \frac{2}{3} + 2 \ln \frac{b_i}{c} \right). \quad (7)$$

Таким образом, если характеристики материалов индентора и образца ( $E_S, E_i, \nu_S, \nu_i, Y_S, Y_i$ ) известны, то уравнения (3), (4), (6) образуют следующую систему трансцендентных уравнений:

$$\begin{cases} 6(1-\nu_i)(b_i/c)^3 - 4(1-2\nu_i) = E_i(\cot \gamma_i - \cot \psi)/Y_i; \\ 6(1-\nu_S)(b_S/c)^3 - 4(1-2\nu_S) = (E_S \cot \psi)/Y_S; \\ \left( \frac{2}{3} + 2 \ln \frac{b_S}{c} \right) = \frac{Y_i}{Y_S} \left( \frac{2}{3} + 2 \ln \frac{b_i}{c} \right), \end{cases} \quad (8)$$

решение которой относительно неизвестных величин  $(\cot \psi, \frac{b_S}{c}, \frac{b_i}{c})$  приближенно определяет напряженно-деформированное состояние в образце и инденторе в соответствии с предлагаемой моделью.

В новых обозначениях система (8) имеет вид

$$\begin{cases} x^3 - \alpha_S = \frac{\beta_S z}{Y_S}; \\ y^3 - \alpha_i = \frac{\beta_i}{Y_i}(\eta_i - z); \\ \left( \frac{2}{3} + 2 \ln x \right) - \frac{Y_i}{Y_S} \left( \frac{2}{3} + 2 \ln y \right) = 0, \end{cases} \quad (9)$$

где  $\alpha_i = \frac{2(1-2\nu_i)}{3(1-\nu_i)}$ ,  $\alpha_S = \frac{2(1-2\nu_S)}{3(1-\nu_S)}$ ,  $\beta_S = \frac{E_S}{6(1-\nu_S)}$ ,  $\beta_i = \frac{E_i}{6(1-\nu_i)}$ ,  $\eta_i = \cot \gamma_i$ ,

$x = \frac{b_S}{c}$ ,  $y = \frac{b_i}{c}$ ,  $z = \cot \psi$ . Для реальных материалов указанные постоянные ограничены неравенствами:  $0 \leq \alpha_i \leq 2/3$ ,  $0 \leq \alpha_S \leq 2/3$ ,  $\beta_i > 0$ ,  $\beta_S > 0$ ,  $0 < \eta_i \leq 1$ . Решение  $z$  системы (9) содержится в интервале  $[0; \eta_i]$ . При заданном значении  $z \in [0; \eta_i]$  первые два уравнения системы (9) имеют единственные решения

$x = \left( \frac{\beta_S z}{Y_S} + \alpha_S \right)^{1/3}$ ,  $y = \left( \frac{\beta_i}{Y_i} (\eta_i - z) + \alpha_i \right)^{1/3}$ , т. е. они определяют функции  $x(z)$  и  $y(z)$ . Подставляя эти функции в третье уравнение, получим уравнение с одним неизвестным  $z$ :

$$f(z) \equiv \left( \frac{2}{3} + 2 \ln x(z) \right) - \kappa \left( \frac{2}{3} + 2 \ln y(z) \right) = 0, \quad \kappa = \frac{Y_i}{Y_S} \quad (10)$$

для решения которого могут быть применены известные численные методы, например, метод дихотомии.

### **Учет сжимаемости материала упруго-пластических зон при образовании ядра**

При непрерывном внедрении индентора ядро увеличивается за счет материала упруго-пластических зон. Это происходит на его границе, где материал этих зон обжимается давлением ядра, большим, чем давление в упруго-пластических зонах (при переходе через границу ядра происходит скачок давления и объемной деформации; скачок делают и сдвиговые напряжения, которые в гидростатическом ядре отсутствуют). При таком внедрении уплотненный материал упруго-пластических зон присоединяется к материалу ядра.

В соответствии с [25] (формулы (6.30)) и [32] (формулы (8)) давление в упруго-пластических зонах (в образце и инденторе), примыкающих к ядру равно

$$p_S(c+0) = 2Y_S \ln \frac{b_S}{c}; \quad p_i(c+0) = 2Y_i \ln \frac{b_i}{c},$$

а давление в ядре и на его границе  $r = c - 0$  (в образце и инденторе) равно

$$p_S(c-0) = Y_S \left( \frac{2}{3} + 2 \ln \frac{b_S}{c} \right); \quad p_i(c-0) = Y_i \left( \frac{2}{3} + 2 \ln \frac{b_i}{c} \right).$$

Отсюда для скачков давления на границе ядра имеем

$$\Delta p_S = p_S(c-0) - p_S(c+0) = \frac{2}{3} Y_S; \quad \Delta p_i = p_i(c-0) - p_i(c+0) = \frac{2}{3} Y_i,$$

и в рассматриваемом случае уравнения (1), (2) принимают вид

$$2\pi c^2 (1 + \varepsilon_S) du_S(c) = \pi c^2 dh_S = \pi c^2 \cot \psi dc, \quad \varepsilon_S = -\Delta p_S / K_S; \quad (11)$$

$$2\pi c^2 (1 + \varepsilon_i) du_i(c) = \pi c^2 dh_i = \pi c^2 (\cot \gamma_i - \cot \psi) dc, \quad \varepsilon_i = -\Delta p_i / K_i, \quad (12)$$

где  $\varepsilon_S, \varepsilon_i$  – соответственно объемные деформации в образце и инденторе, вызванные разностями давлений в ядре и на границах упруго-пластических зон образца и индентора  $\Delta p_S = \frac{2}{3} Y_S$ ,  $\Delta p_i = \frac{2}{3} Y_i$ ;  $K_S = \frac{E_S}{3(1-2\nu_S)}$ ,  $K_i = \frac{E_i}{3(1-2\nu_i)}$  – объемные модули упругости материалов в образце и инденторе. Поэтому система уравнений типа (8) принимает вид

$$\begin{cases} \left(1 - \frac{2}{3} \frac{Y_i}{K_i}\right) [6(1 - \nu_i)(b_i/c)^3 - 4(1 - 2\nu_i)] = E_i(\cot \gamma_i - \cot \psi) / Y_i; \\ \left(1 - \frac{2}{3} \frac{Y_S}{K_S}\right) [6(1 - \nu_S)(b_S/c)^3 - 4(1 - 2\nu_S)] = (E_S \cot \psi) / Y_S; \\ \left(\frac{2}{3} + 2 \ln \frac{b_S}{c}\right) = \frac{Y_i}{Y_S} \left(\frac{2}{3} + 2 \ln \frac{b_i}{c}\right). \end{cases} \quad (13)$$

Если ввести обозначения (см. (9)):  $\alpha_i = \frac{2(1-2\nu_i)}{3(1-\nu_i)}$ ,  $\alpha_S = \frac{2(1-2\nu_S)}{3(1-\nu_S)}$ ,  
 $\beta_S = \frac{E_S}{6(1-\nu_S)}$ ,  $\beta_i = \frac{E_i}{6(1-\nu_i)}$ ,  $\theta_S = \frac{2}{3K_S} = \frac{2(1-2\nu_S)}{E_S}$ ,  $\theta_i = \frac{2}{3K_i} = \frac{2(1-2\nu_i)}{E_i}$ ,  
 $\eta_i = \cot \gamma_i$ ,  $x = \frac{b_S}{c}$ ,  $y = \frac{b_i}{c}$ ,  $z = \cot \psi$ , то уравнения (13) относительно безразмерных неизвестных  $x$ ,  $y$ ,  $z$  принимают вид

$$\begin{cases} (1 - \theta_S Y_S)(x^3 - \alpha_S) = \frac{\beta_S}{Y_S} z; \\ (1 - \theta_i Y_i)(y^3 - \alpha_i) = \frac{\beta_i}{Y_i} (\eta_i - z); \\ \left(\frac{2}{3} + 2 \ln x\right) - \frac{Y_i}{Y_S} \left(\frac{2}{3} + 2 \ln y\right) = 0. \end{cases} \quad (14)$$

Система уравнений (14) учитывает упругую сжимаемость при образовании ядра, в отличие от системы (9). Учет сжимаемости при образовании ядра, по-видимому, имеет существенное значение для материалов с коэффициентом Пуассона близким к 0 (например, для алмаза).

Таким образом, предложенная модель (уравнения (8), (9), (13), (14)) обобщает модель, рассмотренную в [24, 25].

### Формы индентора и отпечатка в образце после разгрузки

Случай упругого деформирования индентора и упруго-пластического деформирования образца был рассмотрен авторами настоящей статьи ранее и для угла остаточного отпечатка в образце  $\gamma_{SR}$  получена оценка [31, 33]

$$\cot \gamma_{SR} = \cot \gamma_i - \frac{HM}{kE^*}, \quad (15)$$

где  $\gamma_i$  – угол между гранью индентора и его осью в недеформированном состоянии;  $HM$  – твердость образца (по Мейеру);  $E^* = \left(\frac{1-\nu_i^2}{E_i} + \frac{1-\nu_S^2}{E_S}\right)^{-1}$  – эффективный (приведенный) модуль упругости и предполагается, что поверхность отпечатка также является пирамидальной или конической с той же осью. Коэффициент  $k$  зависит от геометрии индентора (в частности,  $k = 0,565$  для правильных трех и четырехгранных пирамид,  $k = 0,5$  для прямого кругового конуса [33]).

Здесь и далее индекс  $R$  указывает, что угол  $\gamma_{SR}$  между гранью отпечатка и его осью относится к остаточному отпечатку. Член  $\frac{HM}{kE^*}$  в правой части (15) имеет две составляющие и может быть представлен в виде  $\frac{HM}{kE^*} = \frac{HM}{kE_S^*} + \frac{HM}{kE_i^*}$ , где  $E_S^*, E_i^*$  – приведенные модули упругости образца и индентора соответственно.

В предложенной модели решение  $z = \cot \psi$  уравнений (14) определяет угол заострения конического индентора  $\psi$ , находящегося под нагрузкой (см. рис. 1). Поэтому, аналогично [33], для угла  $\gamma_{SR}$  в коническом отпечатке на образце после его упругой разгрузки получаем уравнение

$$\cot \gamma_{SR} = \cot \psi - \frac{2HM}{E_S^*}, \quad (16)$$

а для угла заострения индентора  $\gamma_{iR}$  после такой разгрузки имеем

$$\cot \gamma_{iR} = \cot \psi + \frac{2HM}{E_i^*}. \quad (17)$$

В последних формулах индексы  $S$  и  $i$  для приведенных (эффективных) модулей Юнга  $E_S^*, E_i^*$  относятся соответственно к образцу и индентору:  $\frac{1}{E_S^*} = \frac{1-v_S^2}{E_S}$ ,  $\frac{1}{E_i^*} = \frac{1-v_i^2}{E_i}$ , а вторые слагаемые в них определяют упругое восстановление. Заметим, что в формулах (16), (17) углы рассматриваются как эффективные (а не локальные!) в смысле, указанном в [33].

Формула (16) обобщает формулу (15) на случай упруго-пластического деформирования индентора и может быть записана в виде

$$\cot \gamma_{SR} = \xi \cot \gamma_i - \frac{HM}{kE_S^*}, \quad (18)$$

где  $\xi$  – коэффициент, учитывающий упруго-пластические деформации индентора, и который, если  $(x^*, y^*, z^*)$  – решение системы (14), имеет значение

$$\xi = \frac{z^*}{\cot \gamma_i}.$$

Если из (16), (17) исключить угол  $\psi$ , то получим зависимость

$$\cot \gamma_{SR} = \cot \gamma_{iR} - \frac{2HM}{E_i^*} - \frac{2HM}{E_S^*} = \cot \gamma_{iR} - \frac{2HM}{E^*}, \quad (19)$$

из которой следует формула (15), когда угол конического индентора после разгрузки возвращает свое первоначальное значение, т. е. индентор является упругим.

В случае одинаковых материалов индентора и образца ( $E_S = E_i = E$ ,  $v_S = v_i = \nu$ ,  $Y_S = Y_i$ ) параметр

$$z^* = \cot \psi = \xi \cot \gamma_i, \quad \xi = \frac{1}{2} \quad (20)$$

является точным решением уравнений (9), (14), и формулы (16), (17) приобретают вид



$$\cot \gamma_{SR} = \frac{\cot \gamma_i}{2} - \frac{2HM}{E_S^*}, \quad \cot \gamma_{iR} = \frac{\cot \gamma_i}{2} + \frac{2HM}{E_i^*}, \quad (21)$$

где  $2\gamma_i$  – угол при вершине недеформированного конического индентора.

### Средние линейные деформации в области контакта в направлении силы $P$ , действующей на индентор

В этом разделе на основе предложенной ядерной модели упруго-пластического индентирования дана приближенная оценка средних деформаций в области контакта образца. Также как в [33] предполагали, что остаточные деформации являются пластическими и только пластические деформации происходят без изменения объема материала. Поэтому для средних в области контакта пластических линейных деформаций в направлении силы  $P$  аналогично [33] имеем

$$\varepsilon_p = \ln \sin \gamma_{SR} = -\ln \sqrt{1 + \cot^2 \gamma_{SR}} < 0, \quad (22)$$

где  $\cot \gamma_{SR}$  определяется по формуле (16).

Упругие средние в области контакта линейные деформации (в направлении силы  $P$ , действующей на индентор, см. рис. 1) приближенно оцениваются по формуле [31, 33]

$$\varepsilon_e = -(1 + \nu_S)(1 - 2\nu_S) \frac{HM}{E_S} = -\frac{(1 + \nu_S)HM}{3K_S}, \quad (23)$$

и для полной, средней в области контакта, линейной деформации в направлении  $P$  из (22), (23) получаем

$$\varepsilon_t = \varepsilon_e + \varepsilon_p. \quad (24)$$

Аналогично могут быть оценены средние деформации в инденторе.

### Особенности расчета при применении пирамидальных инденторов

Приведенные результаты представлены для случая внедрения конуса с углом при вершине  $2\gamma_i$ . Переход от пирамидальных или сферических инденторов к эквивалентному коническому (и наоборот) может быть выполнен с использованием условия равенства площадей проекций отпечатков, оставляемых разными инденторами при одинаковом объеме внедрения (одинаковой глубине внедрения для пирамидальных и конических инденторов). Это условие приводит к следующему соотношению между углами заострения эквивалентных конических, пирамидальных (трех- и четырехгранных) и сферических инденторов:

$$\cot \gamma_i = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \cot \gamma_V = \sqrt[4]{\frac{\pi^2}{27}} \cot \gamma_B = \frac{3}{4} \frac{a}{R}, \quad (25)$$

где  $\gamma_i$ ,  $\gamma_V$ ,  $\gamma_B$  – соответственно углы заострения инденторов: конических, четырехгранных (например, Виккерса,  $\gamma_V = 68^\circ$ ) и трехгранных (например, Берковича,  $\gamma_B = 65^\circ$ );  $a/R$  – отношение радиуса отпечатка к радиусу сферического индентора.

Если индентор является правильной пирамидой (трехгранной или четырехгранной), то формулы (16), (17) имеют вид

$$\cot \gamma_{SR} = \cot \psi - \frac{HM}{kE_S^*}, \quad \cot \gamma_{iR} = \cot \psi + \frac{HM}{kE_i^*}, \quad k = 0,565,$$

где угол  $\psi$  должен быть предварительно приведен с помощью формул (25) к углу между гранью и осью пирамиды, а углы  $\gamma_{SR}, \gamma_{iR}$  – рассматриваться также как углы между гранью и осью соответствующих пирамид.

Как отмечалось выше, результаты моделирования справедливы для упруго-идеально-пластических тел, имеющих постоянный предел текучести  $Y$  на одноосное сжатие. Однако (аналогично модели [24, 25]) с достаточной степенью приближения они применимы и для тел с упрочнением, если предел текучести  $Y$  заменить некоторым характеристическим для каждого индентора (репрезентативным, представительным) напряжением при одноосном сжатии  $Y_R$ , соответствующем репрезентативной деформации  $\varepsilon_R$  ( $\varepsilon_R = 0,08$  – по Тейбору [26],  $\varepsilon_R = 0,2 \cot \gamma_i$  – по Джонсону [24, 25]).

Используя результаты [32], предложенная модель может быть обобщена на случай контакта тел с упрочнением.

#### **Определение пределов текучести $Y_S$ и $Y_i$ (при известных упругих характеристиках индентора и образца)**

Общепринято материал рассматривать как сплошную (консолидированную) среду, физико-механические свойства которой описываются конституционными уравнениями (например, линейным законом Гука), содержащими постоянные (характеристики) материала. Как правило, эти постоянные определяются из системы соотношений, полученных путем объединения результатов физического эксперимента, моделирующего напряженно-деформированное состояние материала образца, и теоретических соотношений для этого состояния, которые определены в нем методами механики сплошной среды с конституционными уравнениями материала образца. Другими словами, к теоретическому описанию (к прямой задаче) напряженно-деформированного состояния образца, содержащему неизвестные постоянные материала, добавляются экспериментальные измерения этого состояния так, чтобы можно было из этого объединения (совокупности соотношений) корректно определить постоянные материала и напряженно-деформированное состояние образца. Как известно [34–37], такая задача является непростой и относится к обратным задачам механики сплошных сред. Она является более сложной, чем прямая задача (в нашем случае задача [37]) определения напряженно-деформированного состояния при известных конституционных уравнениях материала (постоянных материала). Даже, в случае линейных уравнений механики сплошной среды и конституционных уравнений, обратная задача является нелинейной. Обратные задачи относятся к классу некорректных задач, для которых не выполняется хотя бы одно из трех условий: существование ее решения, единственность решения и его устойчивость (непрерывность при малых возмущениях исходных данных), см., например, [35–37]. Для прямых задач, как правило, выполняются все три условия и они считаются более простыми.

Поэтому, для определения пределов текучести  $Y_i, Y_S$  индентора и образца (при известных упругих модулях  $E_i, \nu_i, E_S, \nu_S$ ), далее предложили добавить к системе уравнений (14), определяющих напряженно-деформированные состояния индентора и образца, независимые уравнения (16) и (7), которые содержат экспериментальные измерения твердости  $HM$  и угла отпечатка  $\gamma_{SR}$ .

Тогда для определения пяти неизвестных ( $x, y, z, Y_i, Y_S$ ) получим следующую систему трансцендентных уравнений:

$$\begin{cases} (1 - \theta_S Y_S)(x^3 - \alpha_S) = \frac{\beta_S}{Y_S} z; \\ (1 - \theta_i Y_i)(y^3 - \alpha_i) = \frac{\beta_i}{Y_i} (\eta_i - z); \\ \left( \frac{2}{3} + 2 \ln x \right) - \frac{Y_i}{Y_S} \left( \frac{2}{3} + 2 \ln y \right) = 0; \\ \frac{HM}{Y_S} = \left( \frac{2}{3} + 2 \ln x \right); \\ \cot \gamma_{SR} = z - \frac{2HM}{E_S^*}, \end{cases} \quad (26)$$

где  $\alpha_i = \frac{2(1-2\nu_i)}{3(1-\nu_i)}$ ,  $\alpha_S = \frac{2(1-2\nu_S)}{3(1-\nu_S)}$ ,  $\beta_S = \frac{E_S}{6(1-\nu_S)}$ ,  $\beta_i = \frac{E_i}{6(1-\nu_i)}$ ,  
 $\theta_S = \frac{2}{3K_S} = \frac{2(1-2\nu_S)}{E_S}$ ,  $\theta_i = \frac{2}{3K_i} = \frac{2(1-2\nu_i)}{E_i}$ ,  $\frac{1}{E_S^*} = \frac{1-\nu_S^2}{E_S}$ ,  $\eta_i = \cot \gamma_i$  – известные постоянные величины. Далее эта система решается с помощью компьютерной программы.

Очевидно, что предложенный подход к определению пределов текучести  $Y_i, Y_S$  не является единственным. Например, систему уравнений (14) можно дополнять уравнениями и экспериментальными измерениями с другими углами заострения индентора.

### МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Экспериментальные образцы для изучения твердости алмаза были получены в области термодинамической стабильности алмаза при давлениях 5,7–6,1 ГПа и температуре 1420–1450 °С. Выращивание монокристаллов производили методом температурного градиента [38] с использованием аппаратуры высокого давления типа “тороид”; особенности использования этой аппаратуры и подробности методов выращивания подробно изложены ранее в [39]. Выращенные образцы алмазов типа Ib, имели кубоктаэдрический габитус и максимальные размеры 2–4 мм; вес кристаллов 0,1–0,16 карат.

Образцы алмаза для испытания изготавливали шлифованием параллельно плоскости (100); таким способом изготавливали плоскопараллельные пластины толщиной 1,0–1,1 мм; чистота обработки составляла 0,1–0,3 мкм, отклонения от параллельности составляли не более 1°. На рис. 3 представлен типичный образец для испытания. Перед испытанием образцы промывали смесью соляной и серной кислот.

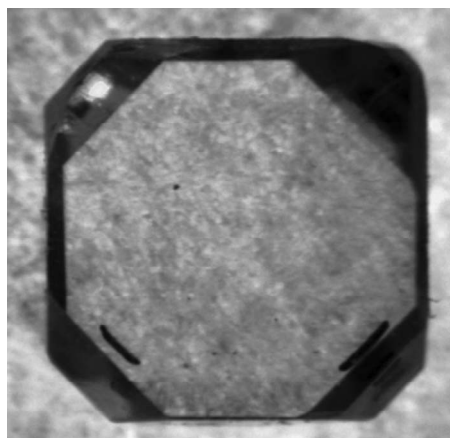


Рис. 3. Пластина из монокристалла алмаза типа Ib массой 0,14 карат.

Инденитрование при температуре 900 °С проводили на модернизированной установке ВИМ-1 (горячая твердость) [40]. В используемой установке в системе нагружения отсутствуют упругие элементы, свойства которых изменяются при нагреве. Нагрузка на индентор определяется только весом самого индентора и стержня, на котором он укреплен.

Инденитрование проводили алмазными трехгранными пирамидальными инденторами с различными углами  $\gamma_i$  между осью пирамиды и ее гранью. Использовали инденторы с  $\gamma_i = 60, 62,5, 65, 67,5$  и 70 градусов. Нагрузка на индентор составляла 2,5 Н, выдержка под нагрузкой равнялась 15 с.

Уровень вакуума в камере нагрева, который поддерживали постоянным в течение всего эксперимента, составлял 0,0133 Па ( $10^{-4}$  мм рт. ст.).

Радиационный нагрев образца осуществляли молибденовым ленточным нагревателем. Измерение температуры производили платино-платинородиевой термопарой. Скорость нагрева составляла  $\sim 3$  °С в минуту, время выдержки при температуре 900 °С (перед началом инденитрования) составляло 30 мин.

Температура 900 °С является наиболее приемлемой для инденитрования алмазов, в связи с наличием при этой температуре микропластичности в алмазе и возможностью определить влияние различных факторов на величину твердости [9, 41]. При более высоких температурах существенными становятся процессы графитизации алмаза.

Площадь отпечатка измеряли после охлаждения образца на растровом электронном микроскопе Zeiss EVO 50. Для снятия статического заряда, кристаллы, помещенные в камеру микроскопа, покрывали магнетронным способом слоем золота толщиной 5 нм.

Для изучения и непосредственного измерения угла между осью пирамиды и ее гранью  $\gamma_{SR(AFM)}$ , были проведены трехмерные топометрические измерения формы отпечатка твердости. Измерения проводили на сканирующем зондовом микроскопе NanoScope IIIa серии Dimension 3000TM. При этом был применен метод атомно-силовой микроскопии (AFM) в режиме периодического контакта (TappingModeTM). При измерениях использовали кремниевые зонды с номинальным радиусом острия 5–10 нм, что гарантировало латеральное разрешение  $\sim 1$  нм, а в вертикальном направлении –  $\sim 0,05$  нм.

#### **РЕЗУЛЬТАТЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТВЕРДОСТИ АЛМАЗА ПРИ 900 °С**

При 900 °С алмаз имеет достаточную пластическую деформацию при инденитровании, так что отпечатки микротвердости получают без влияния хрупкого разрушения, в отличие от условий деформации при комнатной температуре.

Типичный отпечаток твердости приведен на рис. 4.

Поскольку в ходе выполнения исследования стало очевидным, что при измерении твердости алмазный индентор претерпевает пластическую деформацию и изменяет свою форму, основное внимание уделяли отпечаткам, полученным при первом инденитровании, после переточки индентора. Заранее предполагали, что твердость алмазных инденторов, изготовленных из природных алмазов, несколько выше твердости изучаемых образцов. Повышенная твердость инденторов в основном обусловлена их деформационным упрочнением, поскольку до выполнения настоящего исследования эти инденторы неоднократно использовали для инденитрования алмазных образцов при повышенных температурах (перед выполнением настоящего исследования все инденторы были перешлифованы).

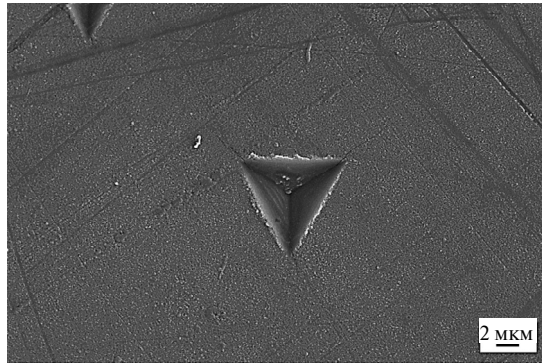


Рис. 4. Отпечаток индентора на поверхности образца алмаза (температура 900 °С, нагрузка на индентор  $P = 2,5$  Н,  $\gamma_i = 60^\circ$ ); растровая электронная микроскопия.

Проведенные измерения показали, что с увеличением угла индентора  $\gamma_i$  (угол между осью пирамиды и ее гранью) твердость  $HM$  снижается (рис. 5). При этом каждый последующий отпечаток, нанесенный одним и тем же индентором и при той же нагрузке на него, имеет большую площадь проекции и, следовательно, меньшую твердость  $HM$ .

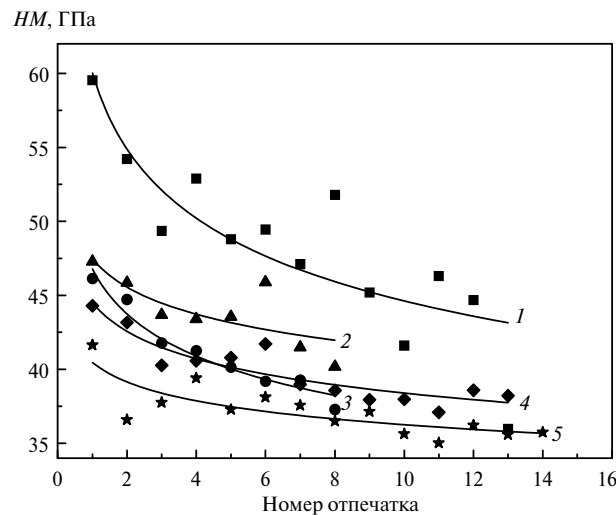


Рис. 5. Зависимость твердости образцов алмаза типа Ib от номера отпечатка, сделанного одним индентором при 900 °С; угол при вершине индентора  $\gamma_i$  и уравнения, по которым построены кривые:  $\gamma_i = 60^\circ$ ,  $HM = 59,56g^{-0,129}$  (1),  $\gamma_i = 62,5^\circ$ ,  $HM = 47,46g^{-0,059}$  (2),  $\gamma_i = 65^\circ$ ,  $HM = 46,78g^{-0,097}$  (3),  $\gamma_i = 67,5^\circ$ ,  $HM = 44,50g^{-0,064}$  (4),  $\gamma_i = 70^\circ$ ,  $HM = 40,46g^{-0,048}$  (5).

Зависимости  $HM$ –номер отпечатка были аппроксимированы функцией типа  $HM = fg^m$ , где  $g$  – номер отпечатка,  $f$  и  $m$  – константы. Константы выбирались таким образом, чтобы среднеквадратичная погрешность была минимальной. Константа  $f$  соответствует твердости первого отпечатка, скорректированной по значениям последующих отпечатков. Полученные уравнения приведены на рис. 5.

Исследование на атомно-силовом микроскопе было проведено для отпечатка, сделанного индентором с  $\gamma_i = 62,5^\circ$  (рис. 6). Из сечения отпечатка индентора было получено значение угла между осью нагружения и гранью равное  $\gamma_{SR(AFM)} = 78^\circ$ .

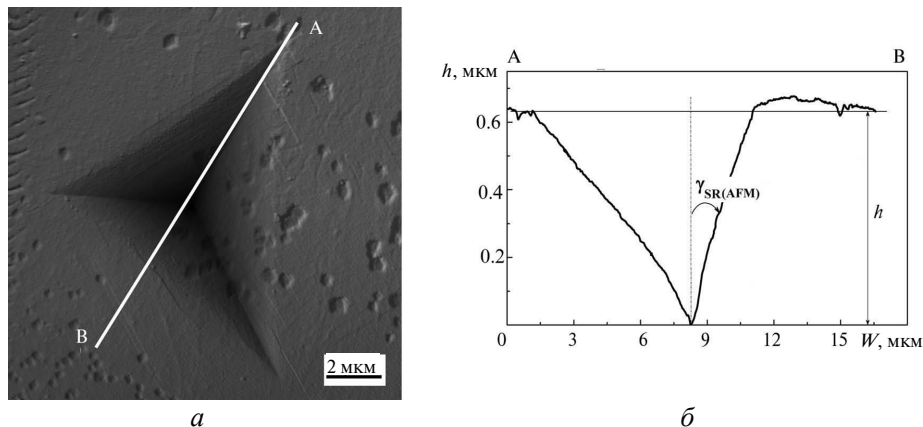


Рис. 6. Изображение отпечатка индентора, полученного методом AFM (а) и поперечное сечение отпечатка по А–В (б); нагрузка на индентор  $P = 2,5$  Н,  $\gamma_{SR(AFM)} = 78,01^\circ$ ,  $h = 0,63$ .

Используя это значение  $\gamma_{SR(AFM)}$ , из последнего уравнения (26) была определено значение  $z = \cot \psi$ . После этого для индентора с  $\gamma_i = 62,5^\circ$  было получено решение  $(x, y, Y_i, Y_S)$  системы (26), состоящей из первых четырех уравнений. Это решение было получено с использованием компьютерной программы. При этом было принято, что коэффициент Пуассона  $\nu_i = \nu_S = 0,07$  и модуль Юнга  $E_i = E_S = 1140$  ГПа. Эти же упругие постоянные были приняты далее и для других инденторов.

По значениям  $Y_S, Y_i$ , полученным для индентора с  $\gamma_i = 62,5^\circ$ , было рассчитано отношение  $\kappa^* = \frac{Y_i}{Y_S} = 1,36$ , которое показывает, что индентор является

упрочненным по отношению к образцу. Предположение, что это упрочнение индентора  $\kappa^* = \frac{Y_i}{Y_S} = 1,36$  является одинаковым во всех экспериментах (сделанных инденторами с другими значениями угла  $\gamma_i$ ) позволило с помощью

компьютерной программы определить из системы (26) неизвестные  $(x, y, z, Y_S, Y_i)$  – для четырех других инденторов. Полученные результаты приведены в таблице, а на рис. 7 приведена зависимость твердости от угла между гранью и осью индентора  $\gamma_i$ .

Отметим, что формула, предложенная Джонсоном [24, 25], не позволяет определить зависимость напряжения течения алмаза от угла при вершине индентора  $\gamma_i$ . В уравнении Танака [27] константа  $\alpha_{Танака} = 1/3$  для керамики выбрана экспериментальным путем и для алмаза при этом значении  $\alpha_{Танака}$  уравнение Танака дает заниженные значения  $Y_S$ , и значения  $HM/Y_S \approx 1,5$ , т. е. больше, чем для керамических материалов, что не соответствует физическим представлениям о меньшей степени пластической деформации при индентировании алмаза, чем при индентировании керамик.

Значение пластической деформации  $\epsilon_p$  было рассчитано для каждого индентора по (22), а упругая деформация – по (23). Общая деформация  $\epsilon_t$  была определена по (24). Характеристика пластичности  $\delta_H$  [31] была определена по отношению

$$\delta_H = \frac{\epsilon_p}{\epsilon_t}. \quad (27)$$

Угол между осью пирамиды и ее гранью для инденторов  $\gamma_i$ , твердость  $HM$ , эффективный угол между осью пирамиды и ее гранью  $\psi$ , угол между осью пирамиды и ее гранью для инденторов  $\gamma_{iR}$  и отпечатков  $\gamma_{SR}$  после снятия нагрузки, угол между осью пирамиды и ее гранью для отпечатков при отсутствии пластической деформации индентора  $\gamma_{SR}^*$ , предел текучести образца  $Y_S$  и индентора  $Y_i$ , упруго-пластические зоны  $x = b_s/c$  и  $y = b_i/c$ , отношение  $HM/Y_S$ , упругая  $\varepsilon_e$ , пластическая  $\varepsilon_p$  и общая  $\varepsilon_t$  деформации, характеристики пластичности  $\delta_H$

Алмаз (тип Ib), $T = 900$ °C, $P = 2,5$ Н														
Исходный угол индентора между осью пирамиды и ее гранью $\gamma_i$ , град	Восстановленная твердость для первых отпечатков $HM$ , ГПа	Эффективный угол (расчет по (26)) $\psi$ , град	Угол индентора между осью пирамиды и ее гранью, после снятия нагрузки (расчет по (17)) $\gamma_{iR}$ , град	Угол отпечатка между осью пирамиды и ее гранью после снятия нагрузки (расчет по (16)) $\gamma_{SR}$ , град	Угол отпечатка при отсутствии пластической деформации индентора (расчет по (15)) $\gamma_{SR}^*$ , град	Упруго-пластическая зона $x$	Упруго-пластическая зона $y$	$Y_i$	$Y_S$	$\frac{HM}{Y_S}$	$-\varepsilon_e$ , % (23)	$-\varepsilon_p$ , % (22)	$-\varepsilon_t$ , % (24)	$\delta_H$ (27)
60	59,56	68,05	61,77	74,9	68,53	1,18	0,99	92,80	68,23	0,87	4,81	3,50	8,31	0,42
62,5	47,46	71,61	66,30	77,3	69,50	1,23	1,05	62,85	46,21	1,03	3,83	2,48	6,32	0,39
$(\gamma_{SR(AFM)} = 78,0)$														
65	46,78	72,74	67,43	78,4	72,16	1,19	1,01	69,08	50,79	0,92	3,78	2,07	5,85	0,35
67,5	44,50	75,72	70,49	81,2	74,53	1,16	1,02	62,98	46,31	0,96	3,59	1,18	4,77	0,25
70	40,46	77,38	72,53	82,4	76,56	1,14	1,01	58,86	43,28	0,93	3,27	0,88	4,14	0,21

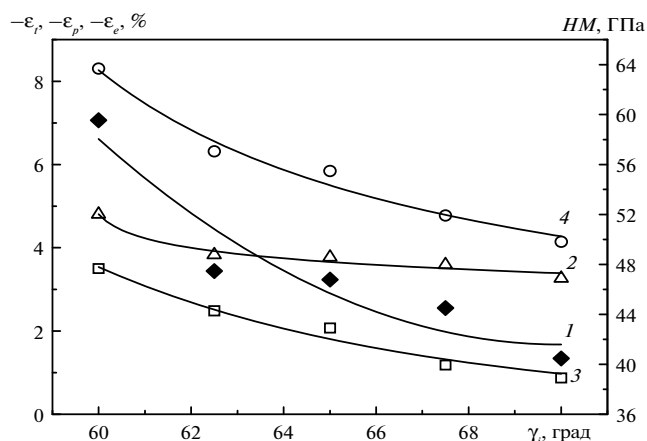


Рис. 7. Зависимость твердости  $HM$  (1), упругой  $\varepsilon_e$  (2), пластической  $\varepsilon_p$  (3) и общей  $\varepsilon_t$  (4) деформаций от угла между гранью и осью индентора  $\gamma_i$  для исследованного при 900 °C алмаза.

Эти результаты использованы также для построения кривой деформации алмаза в координатах напряжение  $\sigma$ –общая деформация  $\varepsilon_t$  (рис. 8) и анализа деформационного упрочнения алмаза (здесь обозначено напряжение симво-

лом  $\sigma$ , причем  $\sigma$  – соответствует пределу текучести  $Y_S$  при разных степенях деформации). На рис. 8 часть кривой, на которой наблюдается только упругая деформация, построена на основании уравнения (23), которое можно рассматривать как закон Гука при индентировании ( $HM = -\sigma \approx -E_S \varepsilon_e$  при достаточно малых значениях  $\nu_S$ ). Окончание линейного участка кривой соответствует пределу пропорциональности  $\sigma_S(0)$ .

### ОБСУЖДЕНИЕ ПОЛУЧЕННЫХ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ РЕЗУЛЬТАТОВ

Как видно из таблицы, угол между осью пирамиды и ее гранью  $\gamma_{SR(AFM)} = 78,0^\circ$ , определенный на атомно-силовом микроскопе, оказался примерно равным углу  $\gamma_{SR} = 77,3^\circ$ , рассчитанному по развитой в настоящей работе модели, и значительно больше, чем угол  $\gamma_{SR}^* = 69,5^\circ$ , рассчитанный по (15) в предположении отсутствия пластической деформации индентора. Это соответствует развиваемым представлениям об упруго-пластической деформации алмазного индентора при его давлении на алмазный образец.

Из таблицы следует также, что значение  $x = \frac{b_S}{c} \approx 1,18$ , тогда как

$$y = \frac{b_i}{c} \approx 1,0. \text{ Это свидетельствует об очень малой зоне упруго-пластической}$$

деформации вокруг ядра деформации в исследуемых образцах алмаза. В инденторе такая зона практически отсутствует. Столь низкие значения  $x$  и  $y$  свидетельствуют о низкой пластичности материала и доминирующих у него упругих свойствах. В то же время некоторая пластичность в алмазе при  $900^\circ\text{C}$  все же наблюдается (см. таблицу). В процессе индентирования ядро практически формируется накопленными малыми пластическими деформациями, происходящими на его границе, где в процессе индентирования к нему присоединяется материал упруго-пластической области.

На рис. 7 приведены значения общей  $\varepsilon_i$ , упругой  $\varepsilon_e$  и пластической деформации  $\varepsilon_p$  в зависимости от угла индентора между осью пирамиды и ее гранью  $\gamma_i$ . Видно, что деформации возрастают при уменьшении  $\gamma_i$ , т. е. они возрастают при увеличении остроты индентора. Отметим, что для всех инденторов была обнаружена небольшая (от 3,5 до 0,9 %) пластическая деформация.

Характеристика пластичности  $\delta_H$ , как видно из таблицы, существенно ниже критической величины  $\delta_H = 0,9$ , при которой в большинстве материалов проявляется макроскопическая пластичность [31]. Вместе с тем при  $900^\circ\text{C}$   $\delta_H$  достаточно велика для получения качественных отпечатков твердости.

Отметим еще, что в настоящей работе показано, что отношение  $HM/Y_S$  для алмаза оказывается близким к единице или даже несколько ниже, т. е. можно считать, что  $HM \approx Y_S$ . Этот результат хорошо коррелирует с представлениями развиваемыми в [25, 27]. Напомним, что для металлов обычно  $HM/Y_S \approx 3$  [26].

Некоторая пластичность алмаза при  $900^\circ\text{C}$  позволяет изучать особенности его деформации, в отличие от комнатной температуры, при которой  $\delta_H \rightarrow 0$  и в образовании отпечатка твердости основную роль играет процесс хрупкого разрушения. Это следует, например, из обработки экспериментальных данных по температурной зависимости твердости алмаза [42].

Деформационное упрочнение алмаза обсудим с использованием уравнения Людвига [43]:

$$\sigma = \sigma_S(0) + N\varepsilon_p^n, \quad (28)$$

где  $N$  и  $n$  – коэффициент и показатель деформационного упрочнения.



В настоящей работе показано, что кривая деформации алмаза, приведенная на рис. 8, удовлетворительно описывается уравнением (28) при  $\sigma_s(0) \approx 31$  ГПа,  $N = 19,54$  ГПа и  $n = 0,53$ .

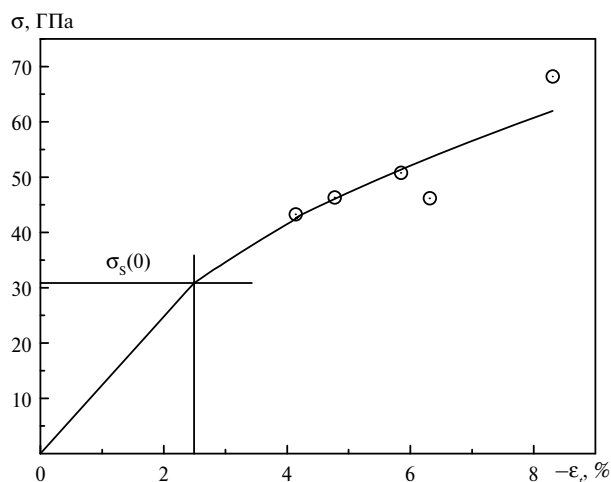


Рис. 8. Кривая деформации алмаза  $\sigma = \sigma_s(0) + 19,54\epsilon_i^{0,53}$ , состоящая из линейного участка, построенного по уравнению (23) (ниже предела пропорциональности  $\sigma_s(0)$ ) и параболического участка, построенного по экспериментальным результатам, приведенным в таблице; температура индентирования 900 °С.

При дислокационном механизме деформации однофазного материала [44]

$$N = \alpha G b^{1/2} \ell^{-1/2}, \quad (29)$$

где  $\alpha$  – константа близкая к единице;  $G$  – модуль сдвига;  $b$  – вектор Бюргерса;  $\ell$  – средняя длина пробега дислокации и  $n = 0,5$ . Значение  $n$ , близкое к 0,5, подтверждает дислокационный характер пластической деформации алмаза в процессе индентирования при 900 °С.

По величине  $N$  можно оценить среднюю длину пробега дислокаций  $\ell$ . Для наиболее часто встречающихся в алмазе простых дислокаций вектор Бюргерса  $b = 0,5a \langle 110 \rangle$ , где  $a$  – параметр кубической ячейки. Для алмаза  $a = 0,356$  нм, модуль сдвига  $G = 533$  ГПа. Используя (29), получаем  $\ell \approx 0,13$  мкм. Сравним значение  $\ell$  с шириной зоны упруго-пластической деформации вокруг индентора, которую можно оценить как  $L = b_s - c$ . Значение  $c \approx 5$  мкм, как следует из рис. 6. Отношение  $x = b_s/c = 1,18$  в соответствии с таблицей. Следовательно,  $L \approx 0,9$  мкм и  $\ell$  в полтора-два раза меньше чем  $L$ . Такое соотношение представляется разумным в рамках дислокационных представлений.

Отметим еще, что малое значение  $\ell$  подтверждает представление о том, что в процессе индентирования ядро формируется накопленными малыми пластическими деформациями, происходящими на его границе.

Как видно, параметр  $N = 19,54$  ГПа оказался очень большим для алмаза. Так, например, даже при комнатной температуре  $N = 0,65$  ГПа – для Мо и  $N < 0,55$  ГПа – для сталей. Только для твердого сплава WC-Co было получено близкое значение  $N = 10-15$  ГПа [45, 46], что обусловлено очень малой толщиной прослоек кобальта, по которым развивается пластическая деформация в этих сплавах.

Таким образом, полученные результаты свидетельствуют о том, что для алмаза при 900 °С характерно очень сильное деформационное упрочнение, большее, чем в других однофазных кристаллических материалах при комнатной температуре. Сильное деформационное упрочнение алмаза обусловлено высоким значением модуля сдвига  $G$  и малой подвижностью дислокаций, что приводит к очень низкому значению  $\ell$ .

Отметим еще, что значение предела пропорциональности  $\sigma_S(0) \approx 31$  ГПа при 900 °С, полученное в настоящей работе для монокристалла алмаза, также является уникально высоким и превышает предел пропорциональности других кристаллических материалов. При этом упругая деформация, при которой достигается предел пропорциональности  $\epsilon_e \approx 2,5$  %, что также существенно выше, чем для других однофазных материалов.

Кривая деформации алмаза, приведенная на рис. 8, получена для условий деформации при индентировании с использованием соотношения (23), которое для алмаза можно рассматривать как закон Гука  $HM = -\sigma \approx -E_S \epsilon_e$ , поскольку для него коэффициент Пуассона мал,  $\nu_S = 0,07$ . Поэтому можно считать, что полученная кривая деформации отражает поведение алмаза при одноосном сжатии.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Предложена ядерная модель индентирования, в которой не только образец, но и индентор деформируются упруго-пластически. В модели рассматривается контактное взаимодействие острого индентора (конус или эффективная пирамида) с плоской поверхностью образца. Модель приближенно определяет размеры упруго-пластических зон в инденторе и образце, эффективный угол индентора между осью пирамиды и ее гранью под нагрузкой, а также эффективные углы между осью пирамиды и ее гранью для индентора и отпечатка после их разгрузки. На основе этой модели разработана методика определения пределов текучести образца  $Y_S$  и индентора  $Y_i$ , в которой к теоретическим соотношениям модели индентирования добавлены соотношения, использующие экспериментальные значения эффективного угла отпечатка в образце и измеренные значения твердости по Мейеру  $HM$  (среднего контактного давления). Модель обобщает известную модель Джонсона и была применена для определения твердости алмаза алмазным индентором в предположении их изотропности и описания особенностей деформации алмаза при температуре 900 °С. При этом твердость инденторов была несколько выше твердости образцов.

Предложенная модель позволяет, по результатам измерения твердости алмаза коническим индентором с углом при вершине  $2\gamma_i$ , рассчитать эффективный угол  $2\psi$ , внедренного в образец индентора под нагрузкой, а также восстановленный эффективный угол при вершине индентора  $2\gamma_{iR}$  и угол восстановленного отпечатка твердости  $2\gamma_{SR}$ , после снятия нагрузки на индентор и упругого восстановления материала образца и индентора. Разработанная теория была подтверждена совпадением расчетного угла  $2\gamma_{SR}$  со значением этого угла, определенного с помощью атомно-силовой микроскопии.

При температуре 900 °С (при которой пластичность алмаза несколько повышена и разрушение не оказывает значительного влияния на результаты измерения твердости) микротвердость синтетических алмазов типа *Ib* определена с использованием пяти трехгранных пирамидальных инденторов с углами между осью пирамиды и гранью  $\gamma_i = 60^\circ, 62,5^\circ, 65^\circ, 67,5^\circ$  и  $70^\circ$ . Обработка экспериментальных результатов проведена с применением разработан-

ной модели индентирования. Определены пределы текучести образца  $Y_S$  и индентора  $Y_i$  и отношение  $HM/Y_S$ . При этом показано, что для алмаза  $HM/Y_S \approx 1$ , т. е.  $HM \approx Y_S$ .

Показано, что микротвердость  $HM$  при каждом последующем измерении одним индентором снижается, что связывается с притуплением индентора (увеличением угла  $\gamma_i$ ), вследствие его пластической деформации при индентировании. При многократном измерении твердости одним индентором происходит его разрушение с отколом его вершины. Полученные после откола отпечатки не использовали. В качестве твердости алмаза  $HM$  принимали первое значение твердости после переточки индентора с учетом усреднения по значениям последующих величин  $HM$ , используя уравнение  $HM = fg^m$ , где  $g$  – номер отпечатка после переточки индентора,  $f$  и  $m$  – константы, которые выбирали таким образом, чтобы среднеквадратичная погрешность была минимальной.

Показано, что микротвердость  $HM$  и предел текучести образца  $Y_S$  возрастают при уменьшении угла при вершине индентора  $\gamma_i$ , т. е. при увеличении степени деформации, что позволило получить сведения о деформационном упрочнении алмаза. Впервые получена кривая деформации алмаза в условиях близких к одноосному сжатию со степенью общей деформации до 8,3 %. Максимальная пластическая деформация при этом составляла 3,5 %.

Показано, что для алмаза даже при 900 °С характерно очень сильное деформационное упрочнение, большее, чем в других однофазных кристаллических материалах при комнатной температуре. Сильное деформационное упрочнение алмаза обусловлено высоким модулем сдвига  $G$  и малой подвижностью дислокаций, что приводит к очень низкому значению средней величины пробега дислокаций.

Показано, что величина предела пропорциональности алмаза  $\sigma_s(0) \approx 31$  ГПа при 900 °С, что существенно превышает предел пропорциональности других кристаллических материалов. При этом упругая деформация, при которой достигается предел пропорциональности  $\epsilon_e \approx 2,5$  %, что также существенно выше, чем для других однофазных материалов.

Выполнен расчет упругой  $\epsilon_e$ , пластической  $\epsilon_p$  и общей  $\epsilon_t$  линейной деформации образцов алмаза в области контакта образца и инденторов с разными углами  $\gamma_i$ . Деформации  $\epsilon_e$ ,  $\epsilon_p$ ,  $\epsilon_t$  являются средними в области контакта в направлении силы, действующей на индентор. Показано, что уменьшение угла  $\gamma_i$  (т. е. переход к более острым инденторам) приводит к росту деформаций, что и обуславливает наблюдаемое при этом повышение твердости.

Характеристика пластичности алмаза, определенная методом индентирования в соответствии с [31] указанными выше инденторами,  $\delta_H \approx 0,2-0,4$ . Все полученные значения  $\delta_H$  оказались существенно ниже критического значения  $\delta_H = 0,9$ , при котором проявляется макроскопическая пластичность. Вместе с тем, значение  $\delta_H$  при 900 °С достаточно высокое для получения качественных отпечатков микротвердости.

Таким образом, в настоящей работе впервые предложена модель процесса индентирования, при котором как образец, так и индентор деформируются упруго-пластически. Выполненные экспериментальные исследования показали целесообразность применения этой модели для изучения механических свойств алмаза методом индентирования.

Разработанная модель индентирования может быть также использована в случае применения инденторов из более мягких, чем алмаз, материалов, если

в процессе индентирования наблюдается упруго-пластическая деформация не только материала, но и индентора.

Запропоновано модель індентування конічними і пірамідальними інденторами, в якій не лише зразок, але й індентор деформуються пружно-пластично, та їх матеріали задовольняють умові текучості Мізеса. Такі умови характерні для вимірювання твердості алмазу алмазним індентором. Дана модель уточнює і узагальнює відому спрощену модель Джонсона з пружно-деформованим індентором. Модель дозволяє наближено визначити розміри пружно-пластичних зон в інденторі і зразку, ефективний кут при вершині індентора під навантаженням, а також ефективні кути індентора і відбитку після їх розвантаження. На основі даної моделі розроблено методику визначення границь текучості зразка  $Y_S$  і індентора  $Y_I$ , в якій до теоретичних співвідношень моделі індентування додані співвідношення, які використовують експериментальні значення ефективного кута відбитку в зразку і виміряно значення твердості по Мейеру НМ (середнього контактного тиску). Розроблена обчислювальна методика використана в експериментах по індентуванню синтетичного алмазу при температурі 900 °С (при якій алмаз має помітні пластичні властивості) із застосуванням пірамідальних інденторів з природного алмазу з різними кутами при вершині. Згідно запропонованої моделі, досліджено напружено-деформовані стани зразків і інденторів і визначено їх межі текучості і характеристика пластичності. Побудовано криву деформації алмазу в координатах напруження–загальна деформація. Досліджено також деформаційне зміцнення алмазу.

**Ключові слова:** алмаз, механічні властивості, твердість, границя текучості, деформаційне зміцнення, атомно-силового мікроскопія.

*A simplified model of indentation experiments with conical and pyramidal indenters, in which not only a specimen, but also an indenter are elastoplastically deformed, and their materials obey the Mises yield condition, is proposed. Such conditions are typical to measure the hardness of diamond diamond indenter. This model generalizes and refines the well-known simplified Johnson model with an elastically deformable indenter. It determines approximately the sizes of elastoplastic zones in an indenter and specimen, the effective angle of the indenter under load, and the effective angles of the indenter and indent after their unloading. On the basis of the proposed model, we have developed a technique for the determination of the yield stress of the indenter and specimen for the case where their elastic characteristics (constants) are known. In this technique experimental values of the effective angle of the indent in the specimen and measured values of the Meyer hardness (mean contact pressure) are added to the theoretical relations of the indentation model. The developed technique has been used in indentation experiments on the synthetic diamond at the temperature of 900 °C (at which diamond has appreciable plastic properties) with the use of pyramidal indenters made of natural diamond with different apex angles. According to the proposed model, the stress-strain state of indenters and specimens have been investigated, and their yield stress and plasticity characteristic have been determined. A deformation curve of diamond has been constructed in the stress–total strain coordinates. Strain hardening of diamond was investigated as well.*

**Keywords:** diamond crystal, mechanical properties, hardness, yield stress, strain hardening, atomic force microscopy.

1. Бакуль В. Н., Лошак М. Г., Мальнев В. И. Об измерении твердости алмаза вдавливанием индентора при нормальной температуре // Синтет. алмазы. – 1973. – Вып 6. – С. 5–11.
2. Лоладзе Т. Н., Бокучева Г. В., Давыдова Г. Е. Измерение твердости алмаза при высоких температурах // Заводская лаборатория. – 1967. – XXXIII, № 8. – С. 1005–1008.
3. Brookes C. A., Brookes E. J. Diamond in perspective: a review of mechanical properties of natural diamond // Diamond Relat. Mater. – 1991. – N 1. – P. 13–17.
4. Семенова-Тян-Шанская А. С., Шишков Н. З. Влияние нагрузки на величину вогнутости сторон восстановленных отпечатков на кубической и ромбодекаэдрической гранях алмаза // Алмазы. – 1969. – № 5. – С. 13–15.
5. Борисенко В. А., Григорьев О. Н., Мильман Ю. В. и др. Температурная зависимость микротвердости алмаза // Синтет. алмазы. – 1973. – Вып. 6. – С. 12–13.
6. Бакуль В. Н., Лошак М. Г., Мальнев В. И. Микротвердость алмаза и ее зависимость от температуры // Там же. – 1978. – Вып. 1. – С. 7–12.

7. Григорьев О. Н., Мильман Ю. В., Трефилов В. И. Особенности механизма пластической деформации и параметры термически активируемого движения дислокаций в алмазе и нитриде бора // Элементарные процессы пластической деформации кристаллов. – К.: Наук. думка, 1978. – С. 144–165.
8. *The properties of natural and synthetic diamond* / Ed. J. E. Field. – London: Academic Press, 1992. – 662 p.
9. Налетов А. М., Клюев Ю. А., Мильман Ю. В. Влияние В-1 центров на твердость алмазов типа III // Алмазы и сверхтвердые материалы. – 1978. – № 8. – С. 1–2.
10. Налетов А. М., Клюев Ю. А., Григорьев О. Н. и др. Влияние оптически активных центров на прочностные свойства алмаза // Докл. АН СССР. – 1979. – № 246. – С. 83–86.
11. Мальнев В. И. Особенности испытания алмаза и других хрупких материалов на твердость // Методы исследования свойств сверхтвердых материалов: Сб. науч. тр. – К.: Институт сверхтвердых материалов, 1981. – С. 3–9.
12. Li H., Bradt R. C. The indentation size effect and the hardness of single crystal diamond on the (001) <110> // *Diamond Relat. Mater.* – 1992. – N 1. – P. 1161–1167.
13. Novikov N. V., Sirota Yu. V., Mal'nev V. I., Petrusha I. A. Mechanical properties of diamond and cubic BN at different temperatures and deformation rates // *Ibid.* – 1993. – N 2. – P. 1253–1256.
14. Novikov N. V., Dub S. N., Mal'nev V. I., Beskrovanov V. V. Mechanical properties of natural diamonds at 1200 °C // *Ibid.* – 1994. – N 3. – P. 198–204.
15. Novikov N. V., Dub S. N. Hardness and fracture toughness of CVD diamond film // *Ibid.* – 1996. – N 5. – P. 1026–1030.
16. Бланк В. Д., Попов М. Ю., Львова Н. А. и др. Пластичность алмаза при комнатной температуре и определение его твердости в атомно-силовом микроскопе наконечником из ультра твердого фуллерита C<sub>60</sub> // Письма в ЖТФ. – 1997. – № 23. – С. 25–29.
17. Miyoshi K. Structures and Mechanical Properties of Natural and Synthetic Diamonds. – Cleveland, Ohio: Lewis Research Center, 1998. – Chapter 8. – NASA/TM-1998-107249.
18. Neves A. J., Nazare M. H. Properties, Growth and Applications of Diamond. – London, United Kingdom: Institution of Electrical Engineers, 2001. – 159 p.
19. Sumiya H., Irifune T. Indentation hardness of nano-polycrystalline diamond prepared from graphite by direct conversion // *Diamond Relat. Mater.* – 2004. – N 13. – P. 1771–1776.
20. Sumiya H. Super-hard diamond indenter prepared from high-purity synthetic diamond crystal // *Rev. Sci. Instrum.* – 2005. – 76, art. 026112.
21. Sumiya H. Thermally activated deformation under Knoop indentations in super-hard directions of high-quality synthetic type-IIa diamond crystals // *Diamond Relat. Mater.* – 2006. – N 15. – P. 1576–1579.
22. Sumiya H., Harano K. Distinctive mechanical properties of nano-polycrystalline diamond synthesized by direct conversion sintering under HPHT // *Ibid.* – 2012. – N 24. – P. 44–48.
23. Yeung M. T., Mohammadi R., Kaner R. B. Ultracompressible, superhard materials // *Annu. Rev. Mater. Res.* – 2016. – N 46. – P. 465–485.
24. Johnson K. L. The correlation of indentation experiments // *J. Mech. Phys. Solids.* – 1970. – N 18. – P. 115–126.
25. Johnson K. L. *Contact Mechanics.* – Cambridge: Cambridge University Press, 1985. – 452 p.
26. Tabor D. *The Hardness of Metals.* – Oxford: Clarendon Press, 1951. – 175 p.
27. Tanaka K. Elastic/plastic indentation hardness and indentation fracture toughness: the inclusion core model // *J. Mater. Sci.* – 1987. – N 22. – P. 1501–1508.
28. Mata M., Anglada M., Alcalá J. A hardness equation for sharp indentation of elastic – power – low strain – hardening materials // *Phil. Mag. A.* – 2002. – N 82. – P. 1831–1839.
29. Kogut L., Etsion I. Elastic-plastic contact analysis of a sphere and a rigid flat // *J. Appl. Mech.* – 2002. – N 69. – P. 657–662.
30. Song Z., Komvopoulos K. Elastic–plastic spherical indentation: deformation regimes, evolution of plasticity, and hardening effect // *Mech. Mater.* – 2013. – N 61. – P. 91–100.
31. Milman Yu. V., Galanov B. A., Chugunova S. I. Plasticity characteristic obtained through hardness measurement // *Acta Met. Mater.* – 1993. – N 41. – P. 2523–2532.
32. Hill R. *The Mathematical Theory of Plasticity.* – Oxford: Clarendon Press, 1951. – 407 p.
33. Галанов Б. А., Мильман Ю. В., Чугунова С. И., Гончарова И. В. Исследование механических свойств высокотвердых материалов методом индентирования // *Сверхт. материалы.* – 1999. – № 3. – С. 25–38.

34. *Oliver W. C., Pharr G. M.* Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: advances in understanding and refinements to methodology // *J. Mater. Res.* – 2004. – N 19. – P. 3–20.
35. *Tho K. K., Swaddiwudhipong S., Liu Z. S., Zeng K., Hua J.* Uniqueness of reverse analysis from conical indentation tests // *J. Mater. Res.* – 2004. – N 19. – P. 2498–2502.
36. *Alkorta J., Martinez-Esnaola J. M., Sevillano J. G.* Absence of one-to-one correspondence between elastoplastic properties and sharp-indentation load-penetration data // *J. Mater. Res.* – 2005. – N 20. – P. 432–437.
37. *Chen X., Ogasawara N., Zhao M., Chiba N.* On the uniqueness of measuring elastoplastic properties from indentation: the indistinguishable mystical materials // *J. Mech. Phys. Solids.* – 2007. – N 55. – P. 1618–1660.
38. *Strong H. M., Wentorf R. H.* The grow of large diamond crystals // *J. Naturwissenschaften.* – 1972. – N 59. – P. 1–7.
39. *Vererschagin L. F., Bakul V. N., Semerchan A. A. et al.* Apparatus For Developing High Pressures And High Temperatures, Pat. GB 1360281.
40. *Гудцов Н. Т., Лозинский М. Г.* Изучение процесса старения металлов и сплавов измерением твердости при нагреве в вакууме // *Журнал техн. физики.* – 1952. – **XXII**, Вып. 8 – С. 1249–1252.
41. *Milman Yu. V., Pidgornyuk E. M., Katrusha A. N. et al.* Mechanical properties of type IIb synthetic diamond at a temperature of 900 °C // *J. Superhard Mater.* – 2012. – **34**, N 5. – P. 308–313.
42. *Trefilov V. I., Borisenko V. A., Grigor'ev O. N., Milman Yu. V.* Temperature dependence of the hardness and the plastic deformation mechanism for diamond // *Soviet Physics.* – 1974. – N 217. – P. 550–553.
43. *Ludwick P.* *Elemente der Technologyschen Mechanik.* – Berlin: Springer, 1909. – 57 s.
44. *Трефилов В. И., Мильман Ю. В., Фирстов С. А.* *Физические основы прочности тугоплавких металлов.* – Киев: Наук. думка, 1975. – 315 с.
45. *Milman Yu. V., Luyckx S., Goncharuck A. V., Northrop J. T.* Results from bending tests on submicron and micron WC-Co grades at elevated temperatures, Inter // *J. Refract. Met. Hard Mater.* – 2002. – N 20. – P. 71–79.
46. *Milman Yu. V., Luyckx S., Goncharuck V. A., Northrop J. T.* Mechanical properties in bending tests and mechanical behaviour of submicron and micron WC-Co grades at elevated temperatures // *Proc. 15th Int. Plansee Seminar / Eds. G. Kneriger, P. Rödhammer and H. Wildner.* – Reutte: Plansee Holding AG, 2001. – Vol. 2. – P. 75–90.

Поступила 21.03.16