

Механические свойства композитной системы типа «слой/подложка»: наноструктурные пленки меди на подложке LiF

*Д. Грабко^a, К. Пырцак^a, Л. Гимпу^b, Г. Володина^a

^aИнститут прикладной физики АН Молдовы,

ул. Академическая, 5, г. Кишинев, MD-2028, Республика Молдова, *e-mail: grabco@phys.asm.md

^bИнститут электронной инженерии и нанотехнологий АН Молдовы,
ул. Академическая, 3/3, г. Кишинев, MD-2028, Республика Молдова

Изучение серии композитных структур КС-1, КС-2 и КС-3, принадлежащих к типу систем «мягкий слой/мягкая подложка», выявило много новых сведений относительно механических свойств данных материалов. Обнаружены общие и отличительные свойства композитных структур как внутри серий КС-1, КС-2 и КС-3, так и со свойствами исходных материалов Cu и LiF. Установлено, что в широком интервале нагрузок при наномикроиндентировании КС Cu/LiF процесс деформирования проходит три основные стадии: 1 – при $\beta = h/t < 0,5$ (h – глубина отпечатка; t – толщина слоя) пластическая деформация в основном сосредоточена в объеме пленки, в подложке могут возникнуть лишь небольшие упругие деформации; 2 – при $\beta \approx 1,0$ деформация происходит в пленке и в интерфейсной зоне А; 3 – при $\beta > 1,0$ пластическая деформация простирается в объем подложки, захватывая все типичные уровни системы (пленка–интерфейсная зона–подложка), закономерно усложняясь по мере увеличения нагрузки. Показано, что КС типа «слой/подложка» являются сложными системами со своими сугубо индивидуальными свойствами даже при одинаковом химическом составе и способе получения, отличаясь лишь одним параметром (толщиной пленки t).

Ключевые слова: механические свойства, специфика деформирования, Cu/LiF, динамическое индентирование.

УДК 539.9:539.2:539.5

ВВЕДЕНИЕ

Композитные структуры (КС) типа «слой/подложка» являются на сегодняшний день предметом интенсивного изучения с целью выяснения поведения этих структур при воздействии на них внешней локальной нагрузки, в частности при микро- и наноиндентировании [1–10]. Однако в большинстве работ основной акцент ставится на изучение механических свойств слоя и в меньшей степени – на выяснение прочностных свойств КС как единого целого, в то время как КС фактически представляют собой новый материал, упругие и пластические свойства которого отличаются от свойств компонент, его составляющих. Так, в работах [6, 11] показано, что твердость КС превышает твердость как подложки, так и слоя. В других работах [5, 12] установлено, что твердость КС меняется в зависимости от величины приложенной нагрузки. Поэтому при определении твердости тонких пленок методом индентирования очень важно учитывать вклад подложки, поскольку измеряемая твердость является комплексной величиной, зависящей от относительной глубины отпечатка и механических свойств как пленки, так и подложки, и представляет собой так называемую «композитную твердость» [2, 7, 13].

В литературе существуют разные мнения относительно величины критической нагрузки, ниже которой в КС типа «слой/подложка» вся деформация под отпечатком концентрируется только в слое, а по ее достижении распространяется и в объем подложки. В работе [6] показано, что в случае КС типа «мягкий слой/твердая подложка», и именно для пары Cu/Si, вклад подложки начинает заметно сказываться на величине твердости КС при достижении отпечатком глубины, примерно равной толщине пленки. Для пары «твердый слой/мягкая подложка», или при близких значениях твердости и модуля Юнга слоя и подложки, вклад подложки наблюдается при гораздо меньших глубинах отпечатков. В работах [7, 14] введен параметр β – относительная глубина отпечатка: $\beta = h/t$ (где h – глубина отпечатка, а t – толщина слоя), с помощью которого авторы оценивают вклад подложки в величину твердости системы «слой/подложка». Для систем различного состава авторы показали, что влияние подложки начинает сказываться на значениях $\beta \approx 0,35$. Другие авторы [2, 15] считают, что влияние подложки начинает проявляться уже на глубинах $\beta \approx 0,1$ и что для правильного определения величины твердости слоя глубина отпечатка не должна превышать 10% от толщины слоя. Следует отметить при этом, что указанные

исследования базируются, как правило, на измерениях твердости, модуля Юнга и оценках других физико-механических параметров.

Наряду с этим имеется ряд работ, в которых особенности создания деформированной зоны под отпечатком индентора в КС изучаются на дислокационном уровне [16, 17]. Так, на КС состава GaN/Al₂O₃ методом трансмиссионной электронной микроскопии были проведены исследования дислокационной зоны под отпечатком индентора в слое GaN [16]; аналогичные исследования были выполнены на КС состава Al-Mg/Si [17]. Однако авторы этих работ преследовали цель: изучить пластические свойства *слоя*, а не *композитной структуры в целом*. В наших предыдущих работах [9, 11] изучено поведение КС состава Cu/LiF и Cu/MgO при квазистатическом микроиндентировании с использованием в качестве индентора четырехгранной алмазной пирамиды Виккерса. В [9] было выявлено, что в области относительно больших нагрузок ($\beta \gg 10$) вклад слоя в ответную реакцию КС при микроиндентировании является еще достаточно заметным, и им не следует пренебрегать при изучении материалов типа «тонкая пленка/подложка». На КС Cu/MgO было показано, что в области микроиндентирования при деформировании индентором Виккерса критическими нагрузками для возникновения дислокационных зон в подложке являются нагрузки, которым соответствует величина $\beta \approx 0,5$, а отклик подложки MgO на внедрение индентора становится ощутимым при $\beta > 1,0$, когда в подложке создается хорошо сформированная дислокационная структура, приводящая к качественной смене механизма деформации КС. При микроиндентировании структур Cu/LiNbO₃, Cu/SiO₂ и Cu/Si авторы установили преобладающий вклад подложки в величину нанотвердости, когда $\beta \approx 4,0$ [4], тогда как в работе [2] указывается, что твердость КС соответствует твердости подложки лишь при $\beta > 10,0$. В [6] показано, что для КС типа «мягкий слой/твердая подложка» (Al/Si) пластическая деформация композита сосредоточена почти исключительно в слое. В то же время обратное расположение компонентов структуры (Si/Al), КС типа «твердый слой/мягкая подложка», приводит к такому отклику композита, в котором пластическая деформация сконцентрирована главным образом в подложке с незначительной пластической областью в слое непосредственно под отпечатком. Как результат, авторы делают вывод, что подобная специфика распределения пластической зоны при индентировании КС свидетельствует о различном характере протекания деформации в КС типа «мягкий слой/твердая подложка» и «твердый слой/мягкая

подложка», и этот факт необходимо иметь в виду при изучении композитных материалов типа «слой/подложка».

Делаются попытки оценить теоретически специфику деформирования КС *как единого целого*, используя метод конечных элементов [18]. Используются модели, с помощью которых можно более точно определить нанотвердость отдельно пленки и подложки. Это известные приближения Кинга, Чена и Влассака, Пара с соавторами, Саха и Никса, Хан-Ю-Влассака [3]. Однако в работе [2] делается попытка оценить так называемую «композитную твердость», которая предполагается быть в промежутке между твердостью «чисто-слоя» (“film-only”) и «чисто-подложки» (“substrate-only”), и проверить ее на соответствие пяти известным моделям «композитной твердости»: 1 – Джонсона-Хогмарка, 2 – Бурнетта-Риккбери, 3 – Чикот-Лессажа, 4 – Корсунского и 5 – Пуччи-Кабрера. Было найдено, что 4-я и 5-я модели наиболее близко соответствуют полученным экспериментальным данным, что может позволить выделить на кривых $H(\beta)$ три участка, которые условно могут характеризовать твердость «чисто-слоя», «композитную твердость» и твердость «чисто-подложки».

Таким образом, проведенный анализ продемонстрировал наличие всевозможных подходов к решению вопроса о корректной оценке твердости КС типа «слой/подложка». Однако, несмотря на большое количество накопленных в литературе сведений относительно деформирования КС при динамическом микро- и микроиндентировании, на сегодняшний день отсутствуют прямые доказательства о физике процесса на дислокационном уровне. Неизвестно, когда и как начинается отклик подложки на воздействие внешней нагрузки при деформировании индентором Берковича в интервале нагрузок, при которых относительная глубина отпечатка твердости колеблется в пределах $0,1 > \beta > 10,0$, какова эволюция процесса в зависимости от величины нагрузки, приложенной к КС. Выяснение этих вопросов и явилось задачей данного исследования.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

В качестве объекта исследования была выбрана композитная структура Cu/LiF типа «мягкое-на-мягком», компоненты которой имеют много общих свойств: принадлежность к кубической структуре, близкие значения микротвердости ($H_B \approx 0,8$ ГПа для Cu и $H_B \approx 1,1$ ГПа для LiF), достаточно высокие пластические свойства. Формирование дислокационных розеток вокруг отпечатков в подложке LiF при $T_{комн.}$ дает воз-

возможность провести анализ отклика подложки в зависимости от величины нагрузки на индентор при динамическом вдавливании в данную КС. Пленки Cu были нанесены на свежесколотую поверхность монокристаллов LiF методом магнетронного распыления с использованием прибора Magnetron Sputtering RF, в режиме $P = 200\text{W}$, $T = 50^\circ\text{C}$. Были получены КС с различной толщиной пленок Cu: $t_1 = 85$; $t_2 = 470$ и $t_3 = 1000$ нм. Шероховатость поверхности пленок (R) была оценена методами атомно-силовой микроскопии и составляла $R = 15\text{--}20$ нм. Фазовый состав и микроструктура полученных КС определялись на рентгеновском дифрактометре ДРОН-УМ1 (Fe K_α -излучение, Mn-фильтр, $\Theta/2\Theta$ -метод). Было показано, что пленки меди в КС Cu/LiF имели нанокристаллическую структуру с текстурой кристаллов Cu по (111). Основная часть кристаллитов меди имела ориентацию (111) со средним размером нанокристаллов $D_{[111]} \approx 50$ нм. Небольшая часть кристаллитов имела ориентацию (100) со средним размером нанокристаллов $D_{[100]} \approx 8$ нм.

Изучение механических свойств проводили методом динамического индентирования на приборе Nanotester-PMT-NI-02, оснащенный индентором Берковича. Микроструктура поверхности изучалась методами оптической микроскопии (ОМ) на приборах XJL-101, Amplival, интерферометре Линника МИИ-4 и на атомно-силовом микроскопе Nanostation II.

При испытаниях на нано- и микроиндентирование для каждого образца выполнялись следующие этапы:

- процесс «нагрузка-разгрузка» для 18 максимальных нагрузок, $P_{\max} = 2\div 900$ мН по следующей схеме: нагрузка – 20 с, выдержка при максимальной нагрузке (P_{\max}) – 5 с, разгрузка – 20 с. Для каждой нагрузки наносилось по 5 отпечатков. Результаты вычислялись как среднее значение 5 испытаний:

- затем для каждого образца были построены следующие зависимости: кривая нагрузка – глубина отпечатка, $P(h)$; модуль Юнга – нагрузка, $E(P)$; твердость – нагрузка, $H(P)$. На основании анализа кривых нано- и микроиндентирования и изучения морфологии деформированных зон вокруг отпечатков были оценены основные параметры упругости, пластичности и прочности;

- вычисления проводились по методу Оливера-Фарра [19]. Все вычисления выполнялись автоматизированно с помощью программного обеспечения прибора.

Динамические микро- и нанотвердость (H) вычислялись в соответствии с формулой:

$$H = \frac{P_{\max}}{A_{\max}}, \quad (1)$$

где P_{\max} – максимальная нагрузка на индентор Берковича; A_{\max} – площадь проекции отпечатка. Модуль Юнга (E) определялся в соответствии с формулами:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1-\nu^2)}{E} + \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i}, \quad (2)$$

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi} \cdot S}{2\beta \cdot \sqrt{A_p(h_c)}}. \quad (3)$$

Здесь E_r – приведенный модуль упругости, который определяется из формулы (3); E и ν – соответственно модуль упругости и коэффициент Пуассона образца; E_i и ν_i – те же коэффициенты для индентора. Параметр $S = dP/dh$ и называется контактной жесткостью, которая определяется как тангенс угла наклона кривой $P(h)$ в начале участка разгрузки; β – поправочный коэффициент Кинга для индентора Берковича, равный 1,034.

Для выявления дислокационных структур вокруг отпечатков на подложках LiF использовался стандартный селективный травитель: слабо концентрированный водный раствор FeCl_3 (~ 15 мин). Предварительно с композитных структур, на которых были нанесены отпечатки, химическим путем удаляли слой Cu в конц. HNO_3 (~ 1 с).

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА

Механические свойства и особенности деформирования КС Cu/LiF при индентировании

Для решения поставленной задачи были взяты КС трех видов, отличающиеся между собой толщиной пленки Cu: $t_1 = 85$; $t_2 = 470$ и $t_3 = 1000$ нм. Рассмотрим по отдельности специфические свойства каждой из полученных КС Cu/LiF и сравним их между собой и со свойствами компонент их составляющих. Для этого проведем исследование каждой из трех КС Cu/LiF как отдельного нового материала, а также изучим степень взаимного влияния пленки и подложки в широком интервале максимальных нагрузок (2÷900 мН) и эволюцию свойств КС с изменением толщины пленки.

1. КС Cu/LiF с толщиной пленки меди $t_1 = 85$ нм (КС-1)

Изучим основные механические свойства и специфику деформирования композитных структур по такой же схеме, как и для исходных компонент Cu и LiF, исследованных в работе [20]. Прежде всего отметим, что для данной толщины пленки даже самая минимальная нагрузка 2 мН (из 18 P_{\max}) создавала отпечаток, имеющий

предельную глубину $h_c \approx 160$ нм, которая в два раза превышала толщину пленки Cu, то есть $\beta = h/t = 2,0$. Учитывая, что в соответствии с работами [2, 7, 11, 14, 15] влияние подложки на разные КС начинает проявляться уже на глубинах $\beta = 0,1-0,5$, механические параметры, оцененные при индентировании КС-1, будут отражать только свойства композитной структуры как целостного материала (integral material) с преобладающей долей влияния подложки.

В соответствии со сказанным ход кривых $E_{КС-1}(P)$ и $H_{КС-1}(P)$ для КС-1 (рис. 1) по своему виду был близок аналогичным кривым для Cu и LiF: кривые проявляли слабую зависимость от нагрузки при ее уменьшении от 900 до 20 мН. При дальнейшем уменьшении P_{max} разброс данных для $E_{КС-1}$ возрастал. Увеличение разброса данных с уменьшением P_{max} в некоторой степени может быть обусловлено нанозеренной структурой поверхности пленки. При больших нагрузках контакт индентора с образцом охватывает сразу несколько зерен, и чем выше нагрузка, тем большее количество зерен принимает участие в деформации. С уменьшением нагрузки число зерен в контакте индентор-образец резко уменьшается, а первое касание индентора с образцом может произойти иногда по вершине зерна, а иногда по межзеренному углублению [21]. Это вызовет различие в сопротивлении материала внедрению индентора и, как следствие, возрастание разброса полученных результатов. При этом среднее значение $E_{КС-1}$ оказалось равным ~ 105 ГПа, это на 20 ГПа меньше, чем значения E_{LiF} и E_{Cu} . Значение же $H_{КС-1}$ при $P_{max} = 4$ мН равнялось $\sim 1,56$ ГПа, увеличившись в 1,42 раза по сравнению с 1,1 ГПа в интервале больших нагрузок, $P_{max} = 100 \div 900$ мН. Эти данные незначительно меньше результатов, полученных при тех же условиях на чистом LiF, 1,6 ГПа для 5 мН и (1,1-1,2) ГПа для больших нагрузок, и аналогично на поликристаллической меди.

Таким образом, КС-1 продемонстрировала несколько меньшие значения механических параметров в сравнении с поликристаллической Cu и подложкой LiF, то есть можно сказать, что система КС-1 является чуть более мягким материалом, чем компоненты, ее составляющие. Наряду с этим система КС-1 проявила более высокие релаксационные свойства на этапе разгрузки, чем одна из ее компонент (Cu): участки кривых разгрузки заметнее отклоняются от перпендикуляра при удалении индентора из образца КС-1 (рис. 2), чем на Cu (вкладыш на рис. 2г), но близки по виду с такими же на чистом LiF.

Примечательной особенностью кривых «нагрузка-относительная глубина отпечатка» $P(\beta)$ является появление большой “pop-in” ступеньки,

когда индентор достигает величины $\beta = 0,47-0,6$ (рис. 3а). Размер ступеньки простирается до величины $\beta \approx 1,3-1,4$ и хорошо виден на графиках в интервале нагрузок $P_{max} = 2 \div 50$ мН. На графиках для $P_{max} > 50$ мН “pop-in” ступеньки менее заметны ввиду уменьшенного масштаба, однако фиксировались при регистрации числовых данных прибора.

Следует указать, что наклон кривой (угол φ) на рис. 3б после “pop-in” ступеньки несколько уменьшается ($\varphi_2 = 40^\circ$) по сравнению с ее начальным участком ($\varphi_1 = 50^\circ$), что может указывать на изменение механизма деформирования КС в сторону облегчения протекания пластической деформации. Принимая во внимание, что начало формирования “pop-in” ступеньки наблюдается тогда, когда вершина индентора достигает $\sim 50\%$ толщины пленки Cu (t_{Cu}) и длится почти до достижения $140\% t_{Cu}$, можно предположить, что данный “pop-in” эффект связан с деформированием переходной зоны между подложкой и пленкой. Наличие этой зоны подтверждается данными рентгенодифрактометрического анализа. На этом уровне кристаллическая структура сформирована еще недостаточно четко, следствием чего являются резкое уменьшение сопротивления пластической деформации и достижение отпечатком глубин, в два раза превышающих толщину пленки Cu.

После прохождения “pop-in” ступеньки глубина проникновения индентора в КС равномерно возрастает, сохраняя постоянным угол наклона кривых. Поскольку на этой стадии в процесс деформации вовлечена уже и подложка, то можно сказать, что механизм деформирования КС уже будет представлять собой сумму трех специфических механизмов деформации, характерных для: 1 – нанокристаллической пленки Cu; 2 – интерфейсной зоны «слой-подложка» (interface region “film-substrate”) и 3 – монокристаллической подложки LiF. С ростом P_{max} на кривых $P(\beta)$ появляется небольшая “pop-in” ступенька при $P = 5$ мН, $h = 0,35$ мкм и $\beta = 4,2$. Как следует из рис. 3в, после этой ступеньки угол наклона кривой меняется следующим образом: $\varphi_1 = 40^\circ$, $\varphi_2 = 32^\circ$ и затем снова возрастает до $\varphi_3 = 43^\circ$, указывая на увеличение сопротивления КС. По всей вероятности, на этой стадии дислокационная структура в окрестности отпечатка заметно усложняется, создавая дополнительное сопротивление проникновению индентора. Дальнейшее возрастание приложенной нагрузки не меняет качественно вид деформационных кривых (рис. 3г) вплоть до $P_{max} = 900$ мН.

Подтверждением высказанной гипотезы могут служить два экспериментальных факта. Во-первых, наличие большого сходства вида

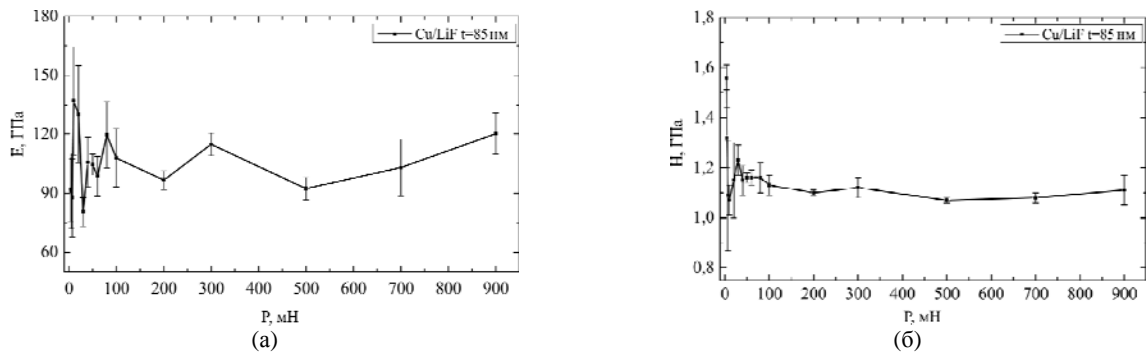


Рис. 1. КС Cu/LiF (KC-1). Зависимости «модуль Юнга-нагрузка» $E(P)$ (а) и «твердость-нагрузка» $H(P)$ (б).

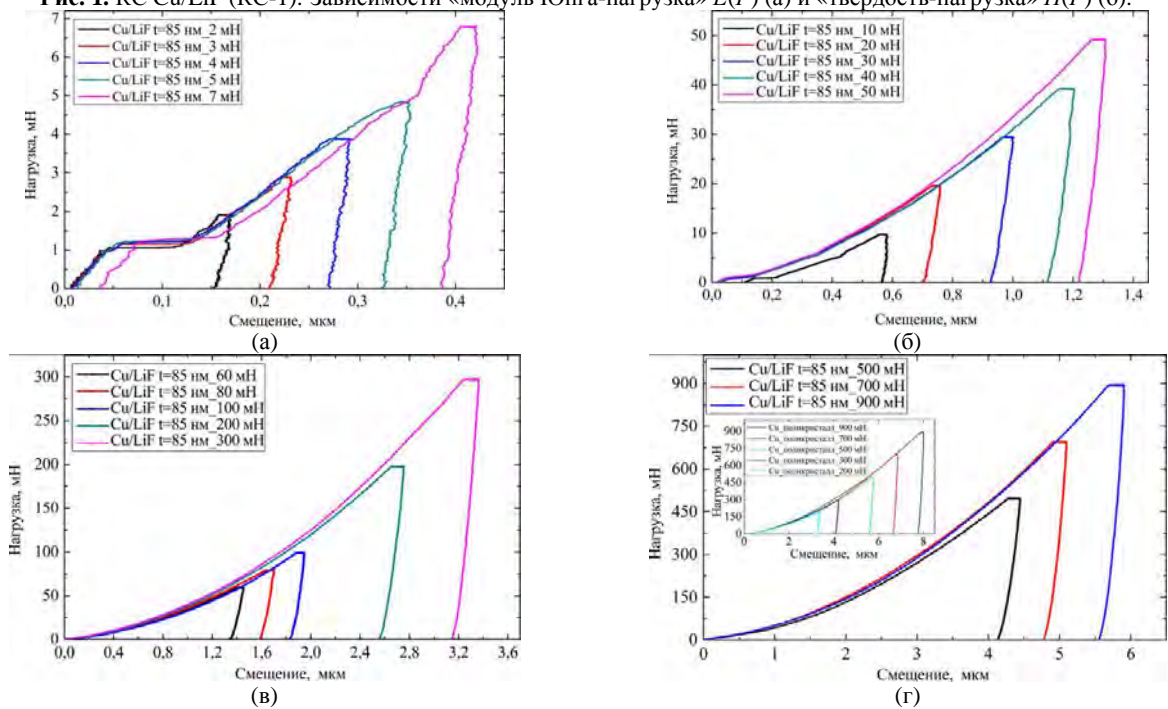


Рис. 2. КС Cu/LiF (KC-1). Кривые «нагружение-разгрузка» $P(h)$, полученные при разных максимальных нагрузках. $P_{\max} = 2 \div 900$ мН. На вкладыше рис. 2г представлены кривые $P(h)$ для поликристаллической меди.

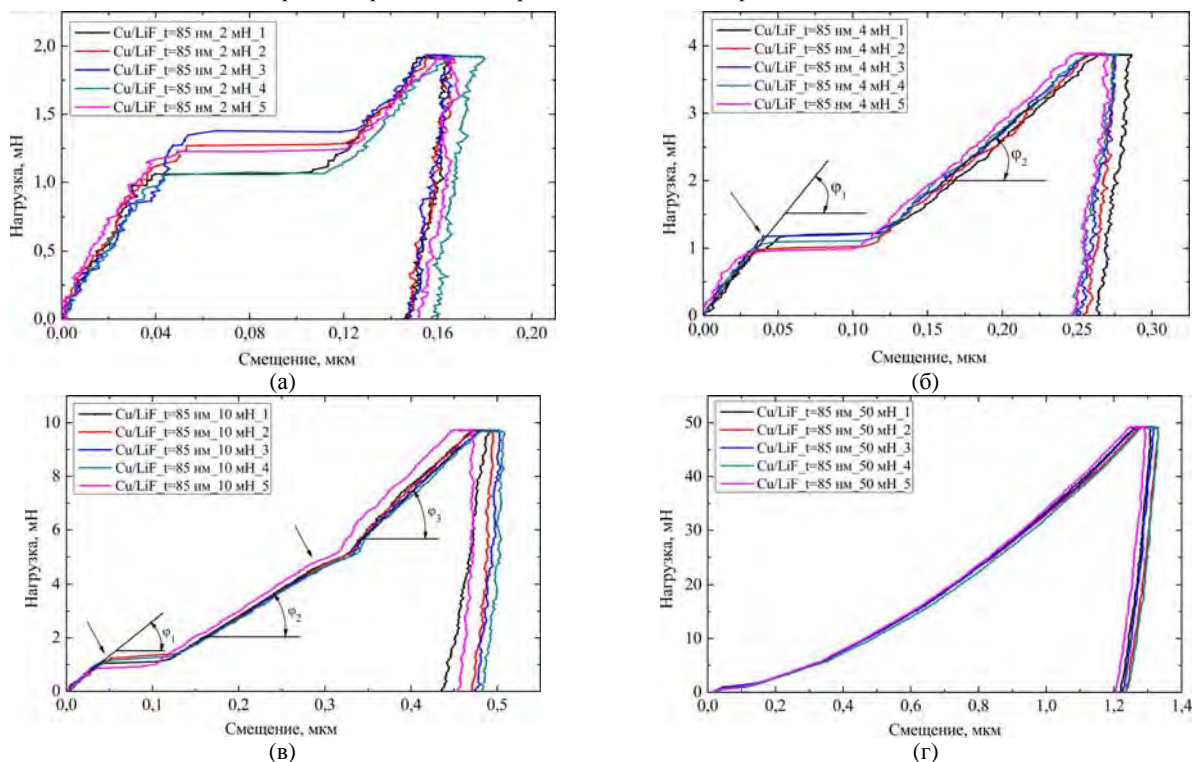


Рис. 3. КС Cu/LiF (KC-1). Кривые «нагружение-разгрузка» $P(h)$, полученные при разных максимальных нагрузках. P_{\max} , мН: (а) 2; (б) 4; (в) 10; (г) 50. Стрелками указаны «pop-in» эффекты на начальных и последующих стадиях нагружения.

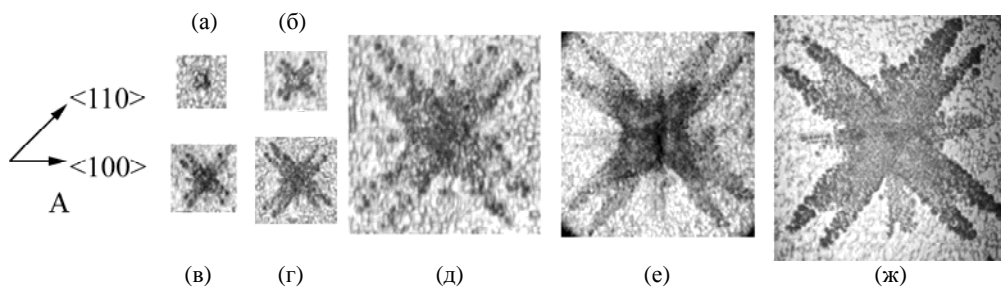


Рис. 4. КС Cu/LiF, (КС-1). Дислокационные розетки на подложке LiF после удаления пленки меди. Нагрузка на индентор, P , мН: (а) 2; (б) 7; (в) 30; (г) 70; (д) 200; (е) 700; (ж) 900. Увеличение – горизонтальная сторона фотокадра, мкм: (а) – 30; (б) – 40; (в) – 50; (г) – 65; (д) – 100; (е) – 180; (ж) – 220. А – лучи вдоль $\langle 100 \rangle$ соответствуют выходам плоскостей скольжения дислокаций $\{110\}_{45}$, а лучи вдоль $\langle 110 \rangle$ являются выходами плоскостей скольжения $\{110\}_{90}$ [22]. Данная ориентация сохраняется и для всех последующих фотоснимков.

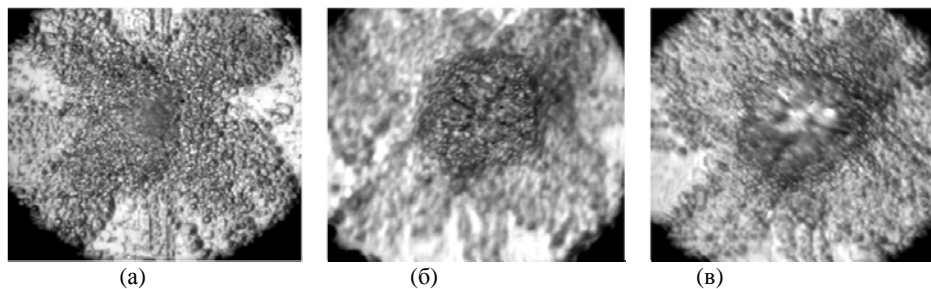


Рис. 5. КС Cu/LiF, (КС-1). Центральная часть дислокационных розеток на подложке LiF после удаления пленки меди: (а) 500 мН; (б) 900 мН; наведение резкости на центр дислокационной розетки; (в) тот же отпечаток 900 мН, наведение резкости на зону дислокационной розетки вокруг центра. Увеличение – горизонтальная сторона фотокадра, мкм: (а), (б), (в) – 150.

кривых $P(\beta)$ для КС Cu/LiF и кристалла-подложки LiF [20], что указывает на действие одинаковых механизмов деформации в рассмотренном интервале нагрузок. Во-вторых, эволюция дислокационных розеток в окрестности отпечатков при возрастании P_{\max} в интервале (2÷900) мН, выявленных на поверхности подложки LiF после удаления слоя Cu (рис. 4), и их аналогия при сравнении с дислокационными розетками на поверхности чистого кристалла LiF [20]. Как показал эксперимент, зародыш дислокационной розетки появился на подложке LiF при $P_{\max} = 2$ мН и $\beta \approx 0,5$ (рис. 4а). Это может означать, что при появлении первой «pop-in» ступеньки протяженностью ~ 70 нм на кривых деформирования до начала «pop-in» эффекта ($h_i = 45\text{--}50$ нм или $\beta_i = 0,5\text{--}0,6$) вся пластическая деформация сосредоточивается в пленке меди. При этой нагрузке в подложке могли возникнуть лишь упругие напряжения, которые после удаления индентора могли релаксировать полностью или частично. Конец «pop-in» ступеньки имеет место при $h_i \approx 120$ нм или $\beta_i \approx 1,41$. Следовательно, углубление индентора превысило почти в полтора раза толщину пленки, что привело к возникновению остаточной пластической деформации в объеме подложки после удаления индентора (рис. 4а). По мере увеличения максимальной нагрузки дислокационные розетки увеличиваются в размере и усложняются по своей структуре: лучи, ориентированные вдоль $\langle 110 \rangle$

(для краткости назовем их «краевыми» лучами), раздваиваются, а лучи вдоль $\langle 100 \rangle$ («винтовые» лучи) концентрируются в центральной части розетки, формируя зону, близкую к форме квадрата (рис. 4в–е; 5а).

При самых больших нагрузках $P_{\max} = 300\text{--}900$ мН происходит дальнейшее усложнение дислокационной структуры, краевые лучи становятся многорядными, приобретая клешнеобразную форму с резко возросшей плотностью дислокаций в центральной части; в самом центре структуры просматривается след отпечатка треугольной формы (рис. 5а). При нагрузке 900 мН центральная часть дислокационной розетки теряет свою кристаллографическую ориентацию, образуя зону округлой формы с мелко раздробленной структурой, где протекают самые сложные дислокационные реакции, приводящие к трансляции материала, ротационным процессам, нанофрагментации структуры вплоть до трещинообразования (рис. 5б,в) [22, 23].

Таким образом, исследования показали, что в широком интервале приложенных нагрузок при наномикроиндентировании КС-1 процесс деформирования проходит три основные стадии: 1 – до $P_i = 1,0$ мН и $\beta_i \approx 0,5$ пластическая деформация в основном сосредоточена в объеме пленки, в подложке могут возникнуть лишь небольшие упругие деформации; 2 – в интервале нагрузок $P_i = (1,0\text{--}1,25)$ мН и $\beta_i \approx 1,0$ деформация происходит в переходной зоне слой-подложка;

3 – начиная с нагрузок $P_i \approx 1,3$ мН и $\beta_i > 1,0$, пластическая деформация простирается в объем подложки, закономерно усложняясь по мере увеличения нагрузки. Эволюция развития дислокационной структуры в подложке в большой степени повторяет эволюцию развития дислокационных розеток на «чистом» LiF, демонстрируя лишь некоторое отставание в степени усложнения структуры и менее выраженный след от отпечатка [20].

2. КС Cu/LiF с толщиной пленки меди $t_2 = 470$ нм (КС-2)

Следующим этапом исследования было изучение механических свойств и специфики деформирования образца КС-2, толщина пленки меди в котором превышала в 5,53 раза толщину пленки предыдущего образца. Учитывая этот факт, ожидалось выявить большую степень вклада свойств пленки в комплексные свойства данной системы как единого материала. И действительно, различие в свойствах этих двух структур проявилось уже при оценке основных механических параметров, и именно модуля Юнга и твердости. Так, усредненная величина $E_{КС-2}$ составила 90 ГПа, уменьшившись примерно на 14% по сравнению с $E_{КС-1}$ и на 44% по сравнению с E_{LiF} . Твердость же, сохранив значение $H_{КС-2} \approx 1,1$ ГПа в области высоких нагрузок, при переходе к малым нагрузкам до $P_{max} = 4$ мН резко возросла до значений $H_{КС-2} = 1,78$ ГПа, то есть увеличилась в 1,62 раза, проявив существенный размерный эффект (РЭ) (рис. 6).

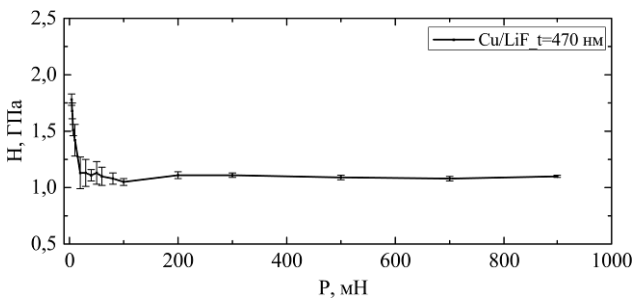


Рис. 6. КС Cu/LiF, КС-2. Зависимость «твердость-нагрузка» $H(P)$.

Как следует из рис. 7, отпечатки при различных нагрузках имеют пластичный вид, лишь при нагрузке 900 мН от углов отпечатков простираются трещины. Возникновение этих трещин вызвано формированием навалов вдоль сторон отпечатков. Поскольку вытесненный материал поднимается значительно выше основного уровня поверхности (рис. 7ж,з), в углах отпечатков накапливаются большие растягивающие напряжения, которые приводят к разрыву пленки. Не исключается и частичное отслоение пленки от подложки в деформированной зоне вокруг отпе-

чатка. Отличительной особенностью деформирования КС-2 было отсутствие «pop-in» эффекта на кривых $P(\beta)$ для самых малых нагрузок 2 и 3 мН, вместо которых на кривых возникали едва заметные перегибы на этапе нагружения (рис. 8а). Яркий «pop-in» эффект, подобный тому, какой был зарегистрирован для КС-1, в данной структуре возник лишь для $P_{max} = 4$ мН, когда глубина отпечатка находилась в пределах $h_i = 100-130$ нм ($\beta_i = 0,21-0,27$) для разных отпечатков при максимальной их глубине $h_{max} \sim 240$ нм ($\beta_{max} \sim 0,5$). Это соответствует глубине отпечатков, достигших уровня переходной зоны.

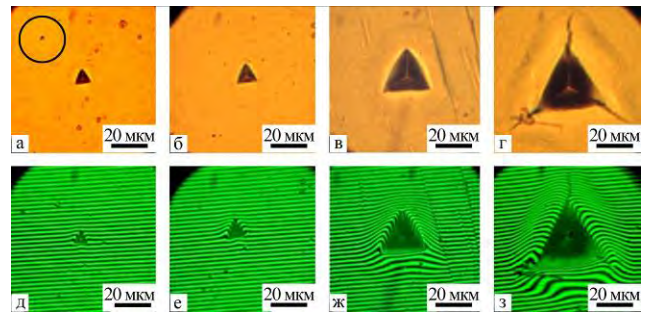


Рис. 7. Оптическая микроскопия. Вид отпечатков Берковича на поверхности КС Cu/LiF, КС-2, полученных при разных нагрузках в режиме отражения (а–г) и в режиме интерференции (д–з). P , мН: (а), (д) – 20; (б), (е) – 80; (в), (ж) – 300; (г), (з) – 900. На вкладыше рис. 7а показан отпечаток для 5 мН.

Начиная с $P_{max} = 7$ мН, наряду с первым «pop-in» эффектом, на кривых появился и второй эффект в форме перегиба, после которого угол ϕ возрос, что указывает на увеличение сопротивления КС-2 проникновению индентора. Параметры данного перегиба были очень близкими подобному перегибу на кривых КС-1, а именно $P_i = 5-6$ мН и $h_i \approx 0,35$ мкм. Данные «pop-in» эффекты наблюдались далее на всех кривых до $P_{max} = 100$ мН. Обе «pop-in» ступеньки закономерно присутствовали при деформировании образцов и более высокими нагрузками, но эффект не виден на кривых ввиду сжатого масштаба. Наличие аналогии между спецификой деформирования систем «слой-подложка» КС-1 и КС-2 указывает на сходство механизмов пластической деформации, участвующих в процессе индентирования в широком интервале нагрузок. Различие заключалось в том, что первый «pop-in» эффект в КС-1 появился при $P_{max} = 2$ мН, когда вершина индентора проникла в объем образца до 40 нм, то есть примерно до половины толщины пленки Cu, $\beta_i \approx 0,47$. В образце КС-2 первый «pop-in» эффект возник при $P_{max} = 4$ мН, когда вершина индентора достигла глубины $h_i \sim 120$ нм, что соответствует значению $\beta_i \approx 0,26$ и составляет примерно четвертую часть толщины пленки (рис. 9).

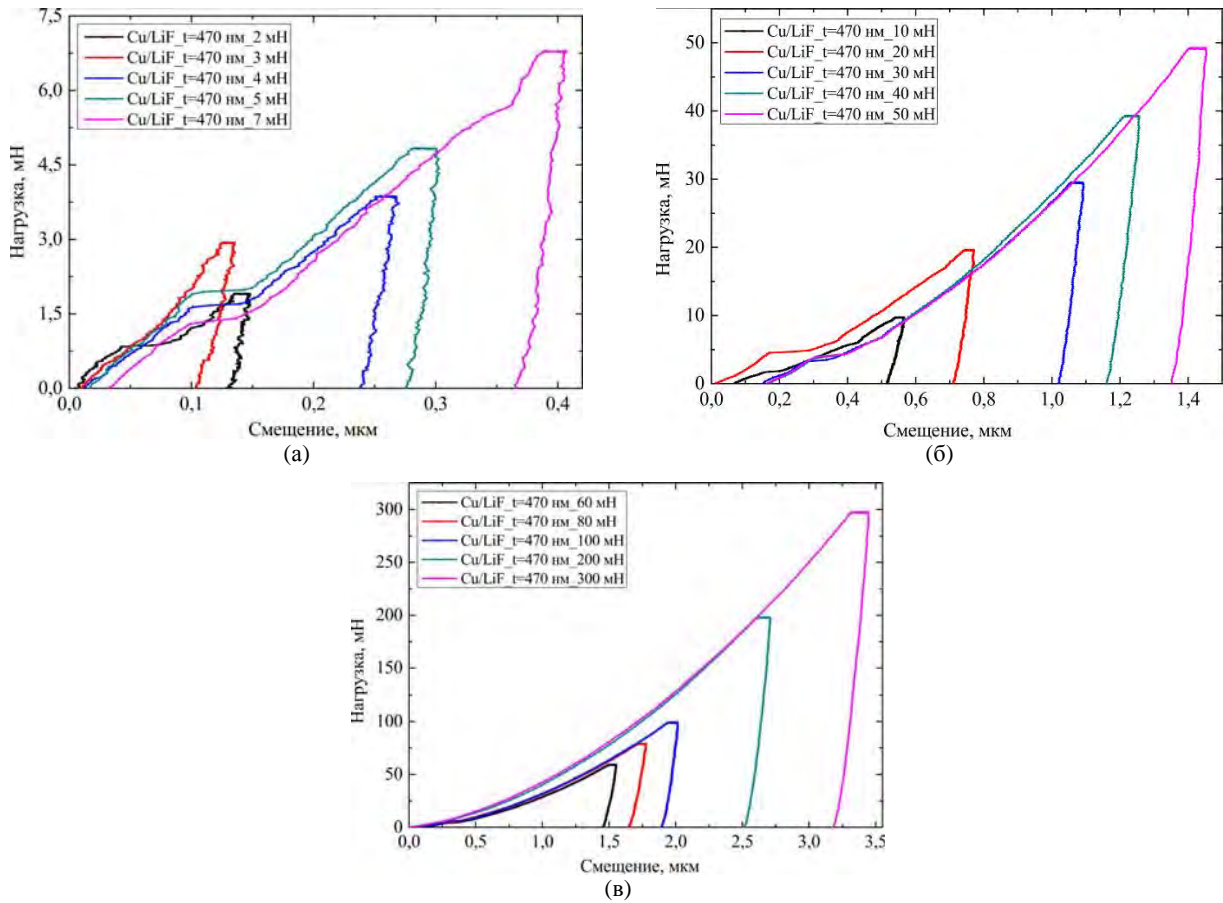


Рис. 8. КС-2. Кривые «нагружение-разгрузка» $P(h)$, полученные при разных максимальных нагрузках. $P_{\max} = 2 \div 300$ мН.

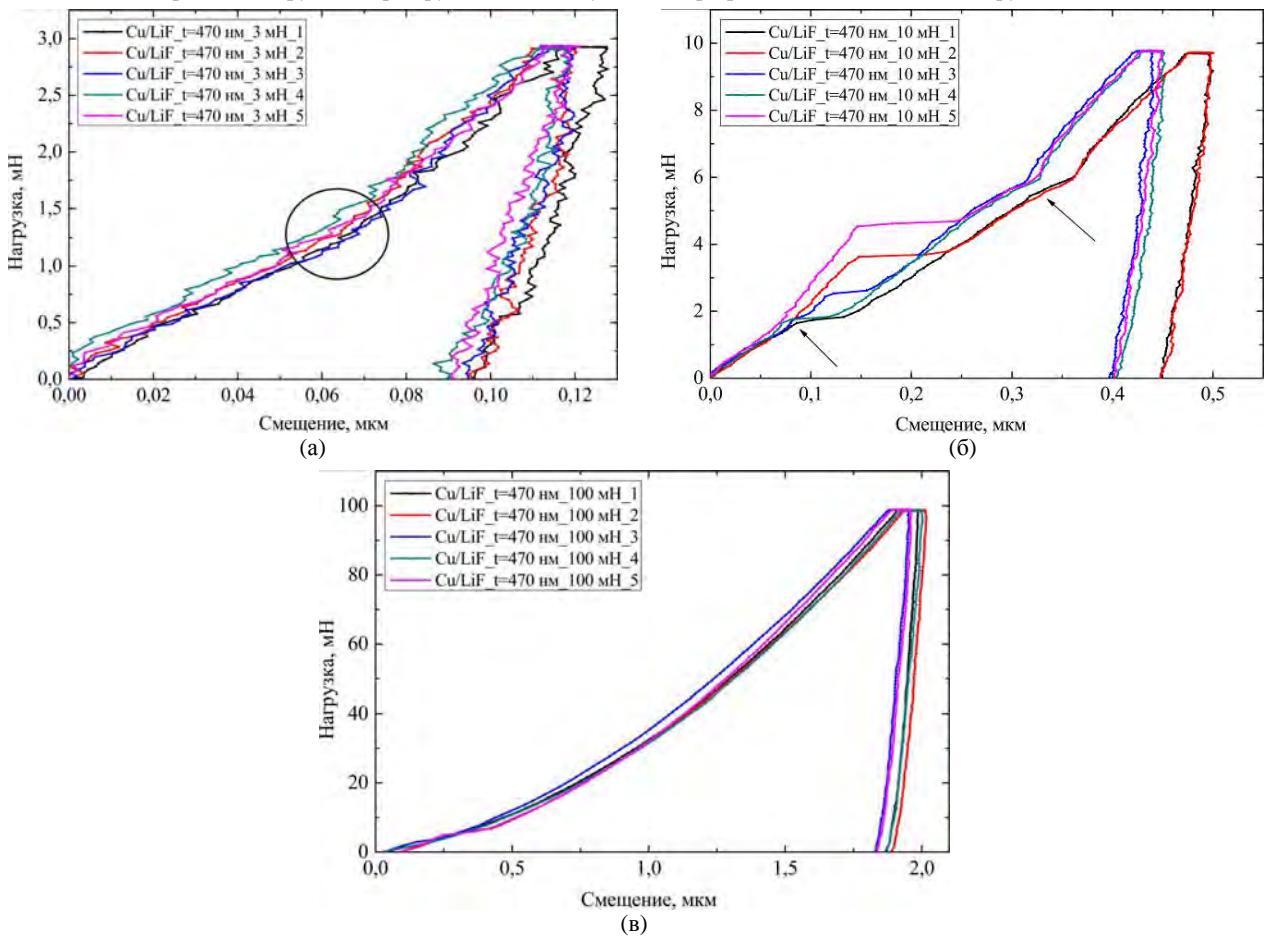


Рис. 9. КС-2. Кривые «нагружение-разгрузка» $P(h)$, полученные при разных максимальных нагрузках. P_{\max} , мН: (а) 3; (б) 10; (в) 100. Окружность на рис. 9а обозначает перегиб, а стрелки указывают «pop-in» эффекты на начальных и последующих стадиях нагружения.

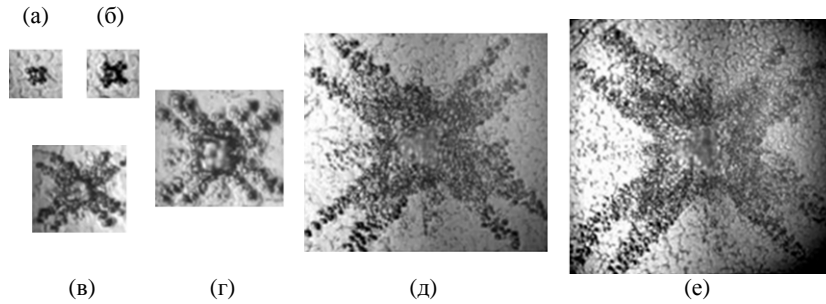


Рис. 10. КС Cu/LiF, (КС-2). Дислокационные розетки на подложке LiF после удаления пленки меди. Нагрузка на индентор, P , мН: (а) 3; (б) 4; (в) 10; (г) 30; (д) 100; (е) 500. Увеличение – горизонтальная сторона фотокадра, мкм: (а) – 18; (б) – 20; (в) – 25; (г) – 40; (д) – 100; (е) – 200.

Данный вывод подтвердился и при анализе дислокационных структур, появившихся в результате селективного химического травления на поверхности подложки LiF после удаления слоя Cu (рис. 10). Видно, что зародышевая дислокационная розетка соответствует нагрузке $P_{\max} = 3$ мН, $h_{\max} \sim 120$ нм и $\beta_{\max} \approx 0,26$, что согласуется с тем, что первый отклик подложки в виде упругого сопротивления проявился при $h_i \sim 70$ нм, $\beta_i \approx 0,15$, когда на кривой $P(h)$ возник перегиб (см. перегиб на рис. 9а) и вершина индентора проникла на глубину, примерно равную $1/7t$ пленки. Далее структура дислокационных розеток последовательно усложняется с ростом P_{\max} , подтверждая эволюцию дислокационных розеток, выявленную на КС-1 и подложке LiF.

3. КС Cu/LiF с толщиной пленки меди $t_3 = 1000$ нм (КС-3)

Третья КС типа «слой-подложка» (КС-3) отличалась от двух предыдущих наибольшей толщиной пленки меди $t_3 = 1000$ нм, что в 2,13 раза больше, чем у КС-2, и в 11,76 раза больше, чем у КС-1. Этот факт может привести к определенному изменению механических свойств и ответной реакции данных структур на воздействие внешней локальной нагрузки. Как показал эксперимент, усредненное значение модуля Юнга, $E_{КС-3}$ сохранило свое значение и так же, как у КС-2, составило ~ 90 ГПа. Изменение твердости с нагрузкой $H_{КС-3}(P)$ качественно было похоже на ход аналогичных кривых для КС-2, КС-1 и LiF (рис. 11). Большое сходство наблюдалось и в микроструктуре отпечатков: с ростом нагрузки отпечатки приобретали выпуклую форму, а в режиме интерференции выделялись навалы (рис. 12).

В интервале нагрузок $P_{\max} = 50\text{--}900$ мН значения твердости практически постоянны, слегка возрастая к большим нагрузкам, а при уменьшении нагрузки ниже 50 мН твердость резко начинает возрастать, достигнув значения $\sim 2,37$ ГПа. Как видим, главным общим свойством трех изучаемых КС является появление заметного РЭ при

уменьшении нагрузки $P_{\max} < 50$ мН, что коррелирует с результатами работ [24–26]. Возникает вопрос, какова причина появления такого стабильного закономерного эффекта.

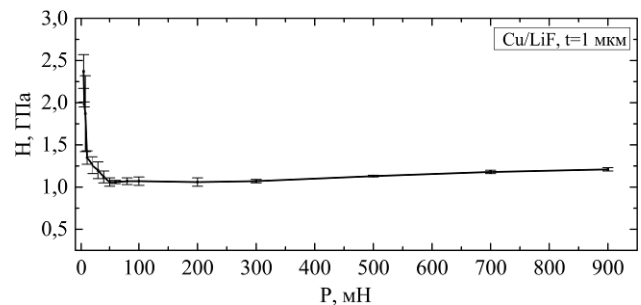


Рис. 11. КС Cu/LiF, КС-3. Зависимость «твердость-нагрузка», $H(P)$.

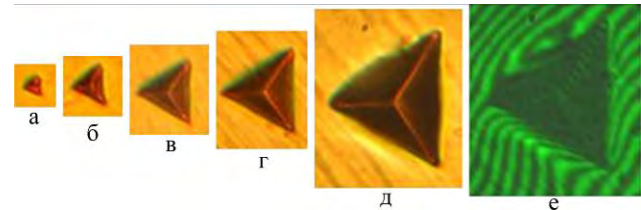


Рис. 12. Оптическая микроскопия. Вид отпечатков Берковича на поверхности КС Cu/LiF, КС-3, полученных при разных нагрузках в режимах отражения (а–д) и интерференции (е). P , мН: (а) – 20; (б) – 80; (в) – 300; (г) – 500, (д), (е) – 900.

Из литературы известно, что РЭ может быть вызван различными факторами [21, 27, 28]. Главными из них, на наш взгляд, являются нарушение правильности связей атомов в решетке в слоях, близлежащих к поверхности, отсутствие сил межатомной связи со стороны свободной поверхности, адсорбция атомов из окружающей среды на поверхности испытуемых образцов, нанонеоднородность (шероховатость) поверхности, приборные эффекты и др. Одни факторы приводят к увеличению твердости, другие, напротив, понижают ее. В зависимости от вклада того или иного фактора значения твердости могут либо возрастать, либо понижаться. В работах [21, 27–30] показано, что данные факторы начинают влиять на значения твердости, когда глубина отпечатков $h_c < 1$ мкм и их влияние возрастает по мере дальнейшего уменьшения глубины отпечатков и соответственно уменьше-

ния величины P_{\max} . В случае изучаемых в данной работе композитных структур критическая нагрузка ~ 50 мН, ниже которой начинает проявляться РЭ, как раз формирует отпечатки глубиной чуть больше одного микрона. Принимая во внимание, что шероховатость поверхности испытываемых материалов была достаточно высокой (~ 15 нм), нельзя снимать со счета возрастание разброса данных и некоторое увеличение значений твердости из-за шероховатости поверхности. Однако феномен РЭ в определенной степени может быть обусловлен и другими специфическими свойствами субмикронных приповерхностных слоев, такими как нарушение правильности связей атомов в решетке в слоях, близлежащих к поверхности, поскольку слой меди, как показал дифрактометрический анализ, имеет нанозернистую кристаллическую структуру. Также не исключено воздействие такого фактора, как отсутствие сил межатомной связи со стороны свободной поверхности, так как размерный эффект был отмечен и при индентировании свежесколотой поверхности монокристаллического LiF, кристалла-подложки для КС Cu/LiF, шероховатость которой порядка одного-двух нанометров. Отметим, что аналогичный размерный эффект был выявлен на монокристаллах LiF авторами работы [24]. Кроме того, следует учитывать и специфику деформирования структур типа «слой-подложка», ответная реакция которых на воздействие внешней локальной нагрузки подчиняется своим особым правилам. Таким образом, в соответствии с вышесказанным можно предположить, что РЭ, наблюдаемый при индентировании композитных структур Cu/LiF, имеет многофакторную основу.

Кривые деформирования «нагрузка-перемещение» $P(h)$ в большой степени повторяют эволюцию, которая была выявлена для КС-2. В качестве примера на рис. 13 показаны зависимости $P(h)$ в интервале нагрузок $P_{\max} = 2-500$ мН. Можно видеть присутствие одного или двух «pop-in» эффектов на кривых для $P_{\max} = 2-20$ мН. Для более высоких нагрузок «pop-in» ступеньки не различаются ввиду малого масштаба. Более четко «pop-in» ступеньки просматриваются на рис. 14.

Так же, как и в КС-2, было отмечено отсутствие ярких «pop-in» эффектов на начальной стадии кривых $P(\beta)$ для самых малых нагрузок 2–4 мН; вместо них наблюдаются перегибы на этапе нагружения (рис. 13а и 14а). «Pop-in» эффекты, подобные тем, какие были зарегистрированы для КС-1 при $P_{\max} = 2$ мН, а в КС-2 при $P_{\max} = 3$ мН, в данной структуре возникли лишь при $P_{\max} = 5$ мН, когда глубина отпечатка находилась в пределах $h_i = 150-170$ нм ($\beta = 0,15-0,17$)

для разных отпечатков при максимальной их глубине ~ 250 нм ($\beta_{\max} \approx 0,25$). В табл. 1 показаны характерные значения нагрузок (P_i), глубины отпечатков (h_i) и относительной глубины отпечатков (β_i) для нагрузок $P_{\max} = 3$ и 10 мН, при которых появлялись перегибы и «pop-in» эффекты на исследуемых образцах.

Из таблицы прослеживается влияние толщины пленки на возникновение «pop-in» эффекта – с увеличением толщины пленки меди эффект смещается в сторону более высоких P_{\max} и уменьшается по своей протяженности. Так, если на КС-1 при $P_{\max} = 3$ мН протяженность «pop-in» ступеньки $h_i = 80$ мкм, то на КС-2 и КС-3 «pop-in» ступеньки отсутствуют, вместо них формируется только перегиб; на КС-2 «pop-in» ступеньки появляются при $P_{\max} = 4$ мН, а на КС-3 – только при 5 мН. Для этих двух систем при $P_{\max} = 10$ мН протяженность h_i равна 45 и 10 мкм соответственно. Этот вывод подтверждается и эволюцией дислокационных структур на поверхности подложки после удаления слоя Cu (рис. 15).

На поверхности подложки LiF структуры КС-3 дислокационные розетки от отпечатков 2, 3 и 4 мН не были зарегистрированы. Первые зародыши дислокационных розеток были выявлены от отпечатков 5 мН (рис. 15а). Следовательно, «pop-in» эффект на КС-3, как и на КС-1 и КС-2, напрямую связан с началом пластической деформации в подложке. На рис. 15 также можно видеть закономерное усложнение структуры дислокационных розеток с ростом нагрузки, а именно резкое увеличение плотности дислокаций в центральной части розетки (рис. 15г,д). Увеличение плотности дислокаций в свою очередь вызывает увеличение сопротивления проникновению индентора в композитную структуру как единого материала, что выражается в эффекте упрочнения на кривых деформации $P(h)$.

Кроме того, обращает на себя внимание качественное различие вида дислокационных розеток, формирующихся в подложках LiF у КС-1, КС-2, КС-3, а также в «чистом» LiF. Так, если на «чистом» LiF длина краевых лучей дислокационной розетки примерно в 3–3,5 раза превышает размер плотной центральной зоны (рис. 15е), то на LiF-подложке КС-3 длина краевых лучей соизмерима с размером центральной плотной дислокационной зоны (рис. 15г,д). Также, сравнивая между собой дислокационные розетки у систем КС-1, КС-2, КС-3, отмечаем, что увеличение толщины пленки Cu приводит к закономерному изменению длины и ширины дислокационных лучей: с увеличением t_{Cu} дислокационные лучи становятся шире и короче. По нашему

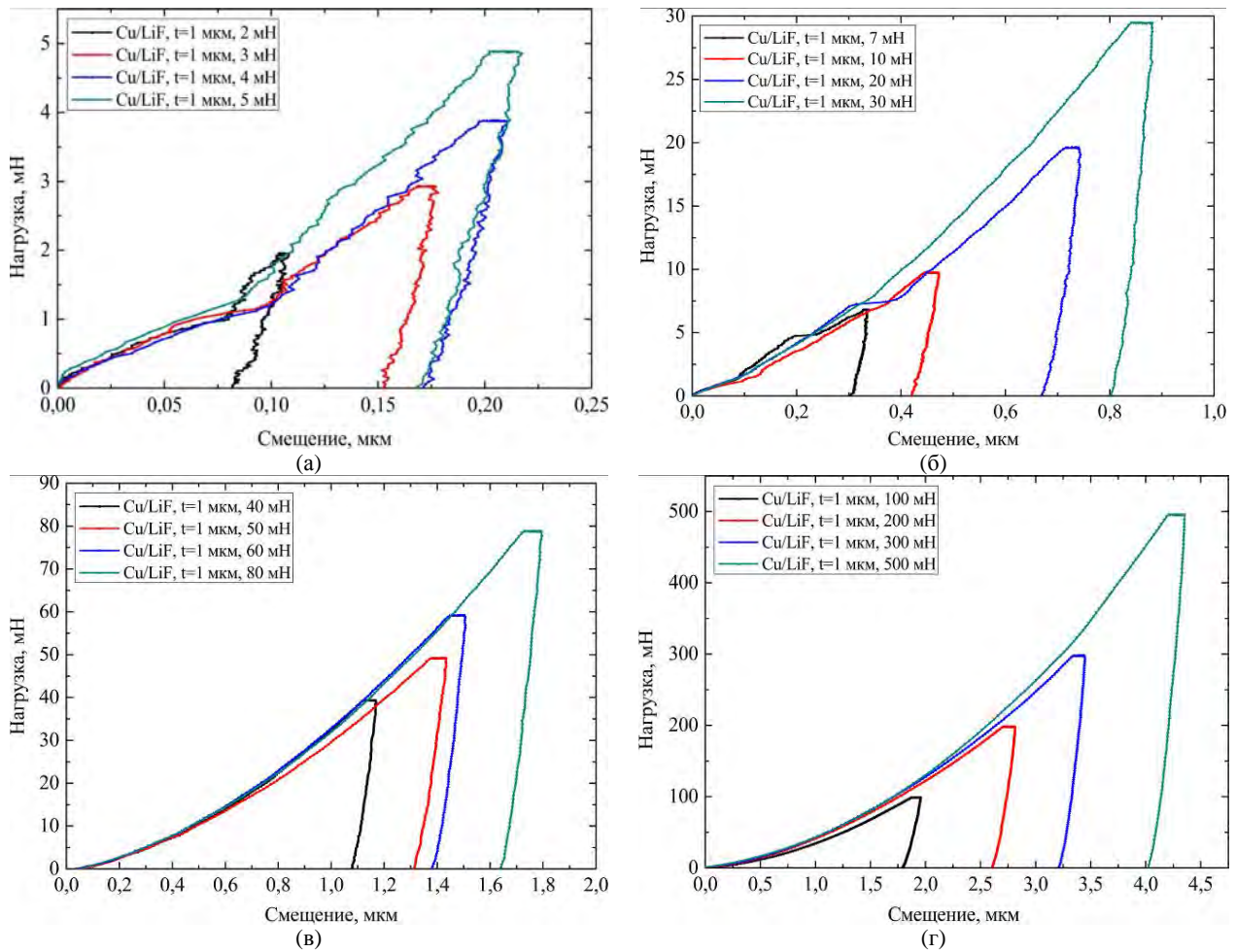


Рис. 13. КС-3. Кривые «нагрузка-разгрузка» $P(h)$, полученные при разных максимальных нагрузках. $P_{\max} = 2 \div 500$ мН.

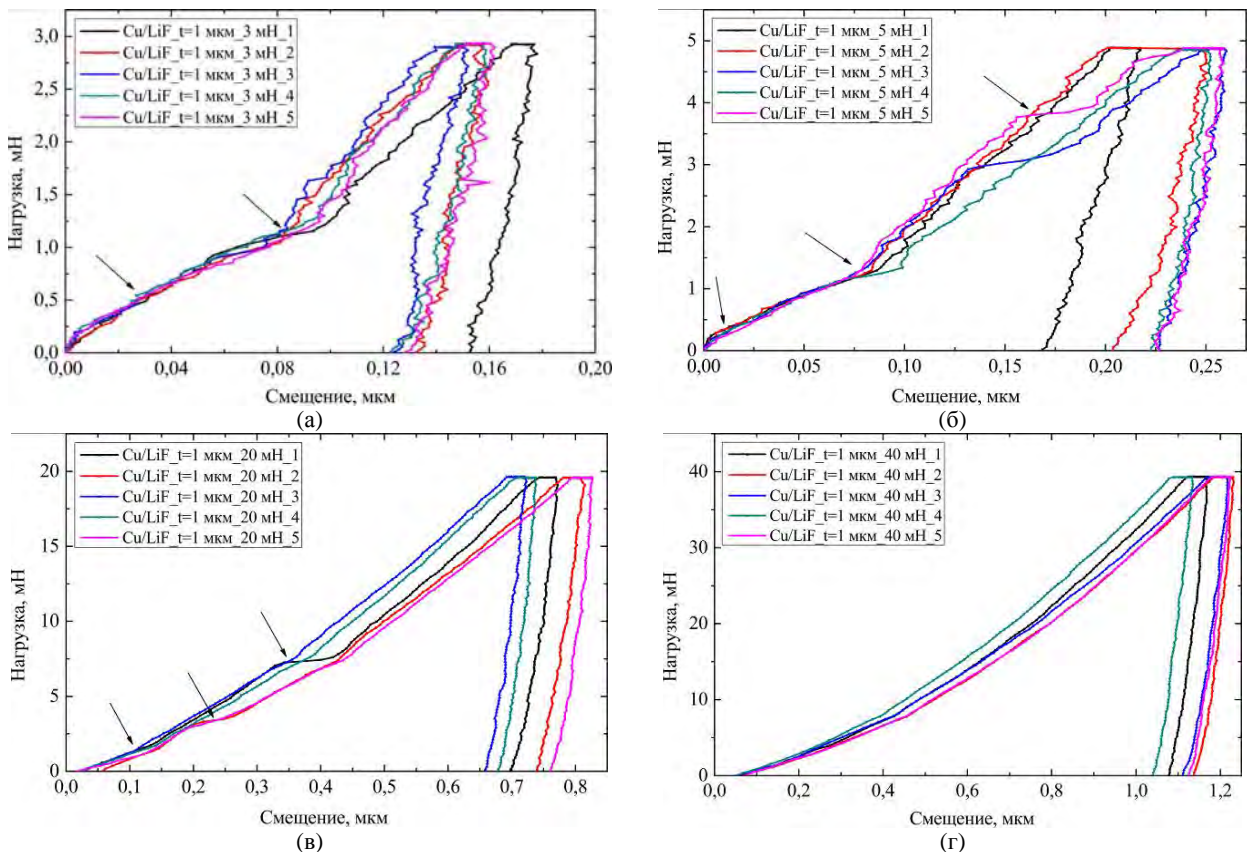


Рис. 14. КС-3. Кривые «нагрузка-разгрузка» $P(h)$, полученные при разных максимальных нагрузках. P_{\max} , мН: (а) 3; (б) 5; (в) 20; (г) 40. Стрелками указаны перегибы и «pop-in» эффекты на начальных и последующих стадиях нагружения.

Таблица 1. Характерные значения нагрузок (P_i), глубины отпечатков (h_i) и относительной глубины отпечатков (β_i) при нагрузках $P_{\max} = 3$ и 10 мН для систем КС-1, КС-2 и КС-3

Образец	$P_{\max} = 3$ мН			$P_{\max} = 10$ мН					
	I “pop-in”/перегиб			I “pop-in”/перегиб			II “pop-in”/перегиб		
	P_i , мН	h_i , мкм	$\beta_i = h/t$	P_i , мН	h_i , нм	$\beta_i = h/t$	P_i , мН	h_i , нм	$\beta_i = h/t$
КС-1	1,25	40–120	0,47–1,41	1,25	45–125	0,53–1,41	5,0	330	3,88
КС-2	1,25	60	0,13	1,75	80–125	0,17–0,27	6,0	330	0,7
КС-3	1,25	80	0,08	1,25	90–100	0,09–0,10	6,0	250–300	0,25–0,30

Примечание. Жирным шрифтом обозначены “pop-in” эффекты, курсивом – перегибы.

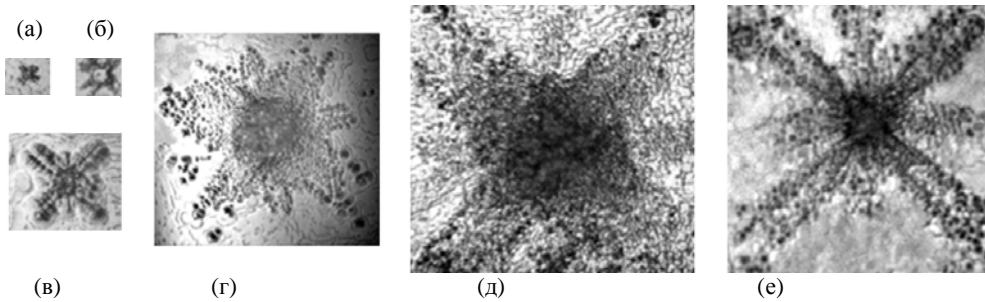


Рис. 15. КС Cu/LiF, (КС-3). Дислокационные розетки на подложке LiF после удаления пленки меди. Нагрузка на индентор P , мН: (а) 5; (б) 10; (в) 50; (г) 500; (д) 900; (е), для сравнения показана дислокационная розетка вокруг отпечатка, нанесенного на поверхность исходного монокристалла LiF при нагрузке $P = 300$ мН. Увеличение – горизонтальная сторона фотокадра, мкм: (а) – 18; (б) – 20; (в) – 45; (г) – 120; (д) – 160; (е) – 50.

мнению, этот факт обусловлен несколькими причинами. Как видно из рис. 16, отпечатки, полученные при малых нагрузках, у которых глубина существенно меньше толщины пленки ($\beta < 0,5$), характеризуют механические свойства самих пленок (стадия 1). При увеличении нагрузки, создающей отпечатки глубиной порядка толщины пленки ($h \sim t$), в процесс деформирования постепенно вовлекаются и слои материала-подложки, поскольку в месте контакта индентора с композитной структурой пленка прогибается и опускается ниже общего уровня пленки (стадия 2). В этом случае твердость представляет собой уже комплексную характеристику, суммарную твердость пленки и подложки. Чем глубже проникает индентор в деформируемую структуру с ростом нагрузки, тем большая доля комплексной твердости приходится на твердость подложки. Как показали наши исследования, при самой большой нагрузке $P_{\max} = 900$ мН максимальная глубина проникновения индентора в КС-1, КС-2 и КС-3 превышала толщину пленки меди в 65, 12 и 5,5 раза соответственно, а твердость композитных структур сравнивалась с твердостью подложки (стадия 3). Это указывает на то, что вклад твердости пленки в комплексную твердость КС становится настолько незначительным, что его можно уже не учитывать. На этой стадии деформирования твердость КС определяется почти полностью величиной твердости подложки.

Однако, несмотря на это, участием пленки в процессе деформирования композитной структу-

ры никак нельзя пренебрегать. Дело в том, что пленка Cu, будучи достаточно пластичным материалом, под действием индентора деформируется, уплотняется и изгибается, обволакивая индентор и сглаживая остроту угла у его вершины. Индентор внедряется в подложку через прослойку пленки, фактически имея более «затупленную» вершину и вследствие этого действуя более мягко. Причем чем толще пленка, тем эффект «затупления» вершины индентора становится более значительным.

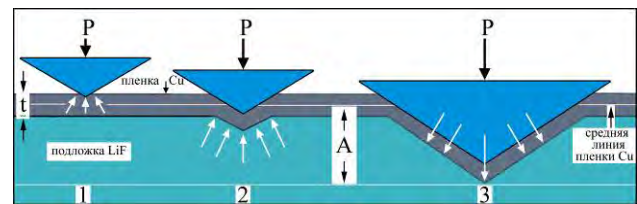


Рис. 16. Схематическое изображение развития трех основных стадий (1, 2, 3) процесса деформирования композитных структур Cu/LiF при возрастании нагрузки. A – особая интерфейсная зона, свойства которой определяются суммарными свойствами слоя и подложки; P – нагрузка, приложенная к индентору; t – толщина пленки Cu.

Действие данного эффекта выражается в изменении формы дислокационных розеток, на что указывалось выше и что наглядно можно проследить на рис. 15: широкие и короткие дислокационные лучи у розеток на подложке LiF, в отличие от узких и длинных лучей на «чистом» LiF. То есть, как мы видим из рис. 15г,д, для нагрузок $P_{\max} = 500$ –900 мН механизм деформирования кристалла-подложки существенно отличается от механизма деформирования «чистого»

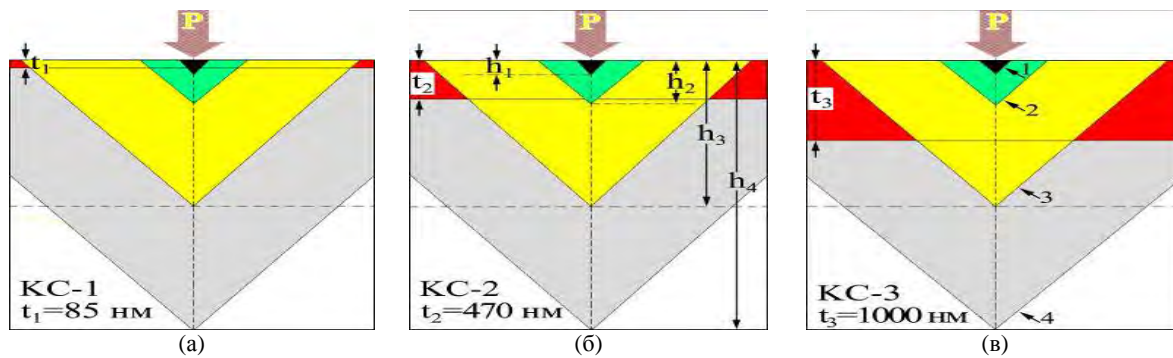


Рис. 17. Схематическое изображение формирования отпечатков в композитных структурах типа «слой-подложка» с различной толщиной слоя: (а) Cu/LiF, $t_{Cu} = 85$ нм; (б) Cu/LiF, $t_{Cu} = 470$ нм; (в) Cu/LiF, $t_{Cu} = 1000$ нм. Соотношение толщины слоя (t_1, t_2, t_3) и глубины проникновения индентора (h_1, h_2, h_3, h_4) в композитные структуры при четырех P_{max} : 1) 2; 2) 10; 3) 100 и 4) 300 мН иллюстрирует ответную реакцию КС на воздействие внешней нагрузки.

Таблица 2. Индекс пластичности H/E для серии изученных композитных структур КС-1, КС-2, КС-3 и исходных материалов для их получения: поликристалл Cu и монокристалл LiF

P_{max} , мН	H/E				
	Cu, поликристалл	LiF, монокристалл	Cu/LiF, $t_{Cu} = 85$ нм	Cu/LiF, $t_{Cu} = 470$ нм	Cu/LiF, $t_{Cu} = 1000$ нм
5	0,0128	0,0124	0,0145	0,0172	0,0177
40	0,0096	0,0111	0,0109	0,0131	0,0139
80	0,0074	0,0102	0,0097	0,0105	0,0140
200	0,0060	0,0094	0,0114	0,0111	0,0118
700	0,0046	0,0082	0,0105	0,0113	0,0115
900	0,0043	0,0072	0,0092	0,0124	0,0097

LiF; если на «чистом» LiF деформация простирается глубоко в объем образца за счет скольжения по плоскостям $\{110\}_{45} \langle 110 \rangle$ [31], то на подложке КС деформация носит более поверхностный характер за счет активации плоскостей $\{110\}_{90} \langle 110 \rangle$.

Подводя итог рассмотренному исследованию, можем констатировать, что изученные три типа композитных структур КС-1, КС-2 и КС-3 продемонстрировали, с одной стороны, наличие общих свойств и закономерностей протекания пластической деформации. С другой – отчетливо можно было заметить, что каждая из композитных структур проявила свои специфические, только ей присущие свойства, которые характеризуют ее как отдельный, единственный в своем роде материал со своими конкретными механическими параметрами, модулем упругости, нано- и микротвердостью, сопротивлением и ответной реакцией на воздействие внешней нагрузки (рис. 17). Отчетливо видно, что при самой малой нагрузке (2 мН) в КС-1 глубина отпечатка (h_1) превышает в 2 раза толщину слоя t_1 , а при 300 мН – в 40 раз (рис. 17а), в то время как для КС-2 эти величины составляют 0,36 и 7,5 (рис. 17б), а для КС-3 – 0,15 и 3,3 (рис. 17в) при $P_{max} = 2$ и 300 мН соответственно. Этот факт свидетельствует о создании различного напряженного состояния в композитных структурах при индентировании и придании уникальных упругопластических свойств каждой структуре.

В научной литературе [32, 33] для оценки сопротивления материалов пластической деформации в последнее время наряду с традиционными параметрами E и H рассматривается еще одна характеристика, так называемый «индекс пластичности», который контролирует сопротивление материалов пластической деформации и выражается в виде отношения твердости материала к его упругому модулю H/E . Нами было проведено сравнение данного параметра структур КС-1, КС-2, КС-3 с аналогичным параметром исходных материалов, послуживших базой для получения композитных структур.

В табл. 2 представлены числовые значения величин H/E указанных материалов для шести из 18 использованных нагрузок, а на рис. 18 для наглядности показан характерный ход кривых H/E как функция 15 нагрузок, P , мН: 5, 7, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 80, 100, 200, 300, 500, 700, 900. Как следует из представленных данных, значения индекса пластичности для всех материалов уменьшаются с ростом нагрузки на индентор. Это означает, что сопротивление исследованных материалов проникновению индентора снижается с возрастанием приложенной нагрузки, и в этом проявляется их общее свойство.

Однако можно отметить и некоторое различие свойств, а именно, что композитные структуры обладают более высокими значениями H/E по сравнению с материалами, на базе которых данные КС были получены. Так, самые низкие H/E

отмечены для поликристаллической меди (кривая 1). Монокристалл LiF продемонстрировал более высокое сопротивление пластической деформации, чем медь (кривая 2), однако в основном уступает в этом композитным структурам (кривые 3–5).

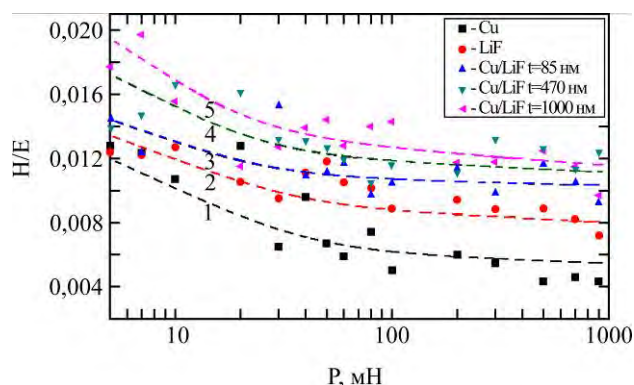


Рис. 18. Характерные кривые, отражающие изменение индекса пластичности H/E при возрастании нагрузки (P_{\max}) на индентор от 5 до 900 мН. Кривые: 1 – поликристалл Cu; 2 – монокристалл LiF; 3 – Cu/LiF, $t_{\text{Cu}} = 85$ нм; 4 – Cu/LiF, $t_{\text{Cu}} = 470$ нм; 5 – Cu/LiF, $t_{\text{Cu}} = 1000$ нм.

В области малых нагрузок $P_{\max} = (5-20)$ мН эти кривые несколько перекрываются, но с увеличением нагрузки преимущество композитных структур становится более очевидным. Следовательно, выявленные особенности упругопластического поведения композитных структур еще раз убедительно доказывают, что КС типа «слой/подложка» являются сложными системами со своими сугубо индивидуальными свойствами даже при одинаковом химическом составе и способе получения, отличаясь лишь одним параметром, в нашем случае толщиной пленки (слоя).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, изучение серии композитных структур КС-1, КС-2 и КС-3, принадлежащих к типу систем «мягкий слой/мягкая подложка», выявило много новых сведений относительно механических свойств данных материалов, их ответной реакции на воздействие внешней нагрузки, взаимовлияния слоя и подложки и установило критерии этого взаимовлияния. Следует различать общие и отличительные свойства композитных структур внутри серии КС-1, КС-2 и КС-3, а также общие и отличительные свойства данных КС со свойствами исходных материалов Cu и LiF. Общим для композитных структур и исходных материалов являются сходство вида кривых деформирования $P(h)$, появление на кривых «pop-in» эффекта и размерного эффекта твердости (H). Различие проявилось в том, что композитные структуры показали несколько более низкие значения H и E , чем Cu и LiF. В то же время КС продемонстрировали лучшие пока-

затели индекса пластичности, что указывает на их более высокое сопротивление пластической деформации.

Внутри серии композитных структур установлено большое сходство в параметрах H , E и H/E , в микроструктуре отпечатков, в характере кривых деформации и в механизме протекания пластической деформации. Так, в широком интервале приложенных нагрузок при наномикроиндентировании КС Cu/LiF процесс деформирования проходит три основные стадии: 1 – $P_i = 1,0$ мН и $\beta < 0,5$ пластическая деформация в основном сосредоточена в объеме пленки, в подложке могут возникнуть лишь небольшие упругие деформации; 2 – в интервале нагрузок $P_i = (1,0-1,25)$ мН и $\beta \approx 1,0$ деформация происходит в пленке и в интерфейсной зоне А; 3 – начиная с нагрузок $P_i \approx 1,3$ мН и $\beta > 1,0$, пластическая деформация простирается в объем подложки, захватывая все типичные уровни системы (пленка–интерфейсная зона–подложка), закономерно усложняясь по мере увеличения нагрузки.

Различие проявилось в величине P_i , при которой отмечался первый «pop-in» эффект и возникли первичные дислокационные розетки в подложке LiF. Выявлено влияние толщины пленки на появление «pop-in» эффекта: с увеличением t_{Cu} «pop-in» эффекты смещаются в сторону более высоких нагрузок и уменьшаются по своей протяженности. Отмечено сходство в эволюции развития дислокационных структур в подложке, однако наблюдается качественное различие их вида как внутри серии КС, так и при сравнении со структурами в монокристалле-подложке LiF.

Итак, выявленные особенности упругопластического поведения композитных структур еще раз убедительно доказали, что КС типа «слой/подложка» являются сложными системами со своими индивидуальными свойствами даже при одинаковом химическом составе и одинаковом способе получения, отличаясь лишь одним параметром, а именно толщиной пленки (слоя).

Работа выполнена в рамках Институционального проекта: CSSDT 15.817.02.06A (2015–2018).

ЛИТЕРАТУРА

1. Beegan D., Chowdhury S., Laugier M.T. *Thin Solid Films*. 2004, **466**, 167–174.
2. Beegan D., Laugier M.T. *Surf Coat Technol.* 2005, **199**, 32–37.
3. Han S.M., Saha R., Nix W.D. *Acta Mater.* 2006, **54**, 1571–1581.
4. Fang T.-H., Chang W.-J. *Microelectron Eng.* 2003, **65**, 231–238.
5. Saha R., Nix W.D. *Acta Mater.* 2002, **50**, 23–28.
6. Шугуров А.Р., Панин А.В., Оскомов К.В. *ФТТ*. 2008, **50**(6), 1007–1012.

7. Korsunsky A.M., McGurk M.R., Bull S.J., Page T.F. *Surf Coat Technol.* 1998, **99**, 171–183.
8. Beegan D., Chowdhury S., Laugier M.T. *Surf Coat Technol.* 2003, **176**, 124–130.
9. Грабко Д.З., Пырцак К.М. *Труды 48-й Международной конференции «Актуальные проблемы прочности»*, Тольятти, Россия. 2009, 195–197.
10. Suresh S., Nieh T.-G., Choi B.W. *Scripta Mater.* 1999, **41**(9), 951–957.
11. Грабко Д.З., Пырцак К.М., Шикимака О.А. *Деформация и разрушение материалов*. 2011, (2), 40–46.
12. Manika I. and Maniks J. *J Phys. D Appl Phys.* 2008, **41**, 074010 (6 pp).
13. Qian L., Li M., Zhou Zh., Yang H., Shi X. *Surf Coat Technol.* 2005, **195**, 264–271.
14. Tuck J.R., Korsunsky A.M., Bhat D.G., Bull S.J. *Surf Coat Technol.* 2001, **139**, 63–74.
15. Buckle H. In book “*The Science of Hardness Testing and Its Research Application*”. Editors: J.W. Westbrook and H. Conrad. Metals Park, OH: American Society for Materials, 1973. 453 p.
16. Ch.-H. Chien, S.-R. Jian, Ch.-T. Wang, J.-Y. Juang, J.C., et al. *J Phys. D Appl Phys.* 2007, **40**, 3985–3990.
17. Jeff T.M. De Hosson, Wouter A. Soer, Andrew M. Minor, Zhiwei Shan, et al. *J Mater Sci.* 2006, **41**, 7704–7719.
18. Yao Z. *Thesis of Dr. Phil. in Mech. Eng. Department of Mechanical and Aerospace Engineering Morgantown, West Virginia*, 2005. 156 p.
19. Oliver W.C., Pharr G.M. *J Mater Res.* 1992, **7**(6), 1564–1580.
20. Грабко Д., Пырцак К., Шикимака О. *ЭОМ*. 2016, **52**(3), 16–24.
21. Tam E., Petrzhik M., Shtansky D., Delplancke-Ogletree M.-P. *J Mater Sci Technol.* 2009, **25**(1), 63–68.
22. Grabco D., Pushcash B., Dyntu M., Shikimaka O. *Phil Mag A.* 2002, **82**(10), 2207–2215.
23. Grabco D. *Moldavian J of Physical Sciences.* 2002, **3**, 94–103.
24. Swadener J.G., Misra A., Hoagland R.G., Nastasi M. *Scripta Mater.* 2002, **47**, 343–348.
25. Armstrong R.W., Shin H., Ruff A.W. *Acta Metall Mater.* 1995, **43**(3), 1037–1043.
26. Volinsky A.A., Vella J., Adhietty I.S., Sarihan V., et al. *Materials Research Society Symposium.* 2001, **649**, Q 5.3.1.–Q 5.3.6.
27. Головин Ю.И., Васюков В.М., Коренков В.В., Столяров Р.А., и др. *ЖТФ*. 2011, **81**(5), 55–58.
28. Алехин В.П. *Физика прочности и пластичности поверхностных слоев материала*. М.: Наука, 1983. 281 с.
29. Stelmashenko N.A., Walls M.G., Brown L.M., Milman Y.V. *Acta Metallurgica et Materialia.* 1993, **41**(10), 2855–2865.
30. Ma Q., Clarke David R. *J of Material Research.* 1995, **10**(04), 853–863. doi: <http://dx.doi.org/10.1557/JMR.1995.0853>.
31. Боярская Ю.С., Грабко Д.З., Кац М.С. *Физика процессов микроиндентирования*. Кишинев: Штиинца, 1986. 294 с.
32. Leyland A., Matthews A. *Wear.* 2000, **246**, 1–11.
33. Musil J. *Surf Coat Technol.* 2000, **125**, 322–330.

Поступила 17.11.14

После доработки 08.06.15

Summary

A study of a series of composite structures (CSs) such as CS-1, CS-2 and CS-3 belonging to the type of systems “soft film/soft substrate” revealed many new details regarding the mechanical properties of these materials. The general and distinctive properties of CSs within the series CS-1, CS-2 and CS-3 and the properties of raw materials of Cu and LiF, are considered. It is found that the deformation process passes through three major steps in a wide range of loads at the nano-microindentation of Cu/LiF CSs: 1 – when $\beta = h/t < 0,5$ (h – indentation depth, t – coating thickness), the plastic deformation is mainly concentrated in the film and only a small elastic deformation can take place in the substrate; 2 – at $\beta \approx 1,0$, the deformation occurs in the film and in the interface zone; 3 – when $\beta > 1,0$, the plastic deformation extends in the substrate, capturing all typical levels of the system (film-interface zone-substrate) naturally becoming more complex as the load increases. The identified characteristics of the elastic-plastic behavior of the studied CSs proved that the CSs of the “film/substrate” type are complex systems with their highly individual properties, even with the same chemical composition and having the same production method, differing by only one parameter (the film thickness t).

Keywords: Cu/LiF coating/substrate, mechanical properties, specificity of deformation, dynamic indentation.