

# Механические свойства поликристаллической меди и монокристалла LiF, исходных компонент для получения композитной системы Cu/LiF

Д. Грабко, К. Пырцак, О. Шикимака

*Институт прикладной физики АН Молдовы,  
ул. Академическая, 5, г. Кишинев, MD-2028, Республика Молдова, e-mail: [grabco@phys.asm.md](mailto:grabco@phys.asm.md)*

Исследованы механические свойства и особенности деформирования поликристаллической меди и монокристаллического LiF при динамическом наномикроиндентировании. Установлена зависимость величины твердости и модуля Юнга от величины приложенной нагрузки ( $P_{\text{макс}}$ ), с ростом последней  $H$  и  $E$  уменьшаются. Выявлено наличие общих закономерностей, сопровождающих процесс внедрения индентора в широком интервале нагрузок: появление «pop-in» эффекта на начальной стадии процесса нагружения, возникновение дополнительных «pop-in» ступенек с ростом нагрузки, формирование навалов вокруг отпечатков. Подобный характер деформирования является результатом последовательной активации различных дислокационных механизмов по мере углубления индентора. Наряду с большим сходством в специфике деформирования отмечены и некоторые различия на стадии разгрузки. Полученные результаты предназначены для сравнения механических свойств отдельных компонент Cu и LiF с аналогичными параметрами композитных систем «слой/подложка» (КС Cu/LiF), созданных на их основе.

*Ключевые слова: механические свойства, специфика деформирования, медь, LiF, динамическое индентирование.*

УДК 539.9:539.2:539.5

## ВВЕДЕНИЕ

Композитные системы (иначе композитные структуры) (КС) типа «тонкий металлический слой/подложка» широко используются в современной электронике для производства интегральных схем, магнитных и оптических приборов, микротензодатчиков и др. При этом тонкая микроструктура пленок и их механические свойства становятся критическими параметрами, определяющими надежность и долговечность получаемых приборов. Используемые в настоящее время в микроэлектронных приборах алюминиевые соединения активно вытесняются медными. Это связано с тем, что медь имеет более высокую проводимость и лучшие электромиграционные свойства по сравнению с алюминием, что очень важно, учитывая тенденцию к уменьшению размеров приборов и стремление к экономии потребляемой энергии [1–5].

Замена алюминия на медь неизбежно влечет за собой изменение не только электрических, но и механических свойств каждого чипа в отдельности и интегральной схемы в целом, поскольку эти два элемента отличаются между собой как по твердости, так и по упругопластическим и адгезионным свойствам. По этой причине в последние годы ученые все больше и больше заинтересованы в изучении механических свойств малых объемов, таких как микроэлектромеханические системы (МЕМС) [1, 5, 6]. И задача состоит не

только в повышении надежности создаваемых приборов. Данная проблема имеет и фундаментальное значение, поскольку механические свойства на микроуровне отличаются от объемных свойств материала, как следствие размерного эффекта и эффекта поверхности [1, 7].

Поэтому 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 [4, 8–14].

В связи со сказанным при планировании КС типа «слой/подложка» возникает настоятельная необходимость вначале изучить механические свойства исходных компонент для будущей пары «слой/подложка» с тем, чтобы можно было оценить, какие свойства базовых компонент и в какой степени определяют параметры прочности и пластичности нового композитного материала. В литературе рассматриваются различные сочетания пар для потенциальных КС в зависимости от области их будущего практического применения [11, 13, 15–17]. Если, к примеру, наносимый слой предназначен для использования в качестве упрочняющего или защитного покрытия, то для этой цели ищут твердые износостойкие и химически устойчивые материалы для нанесения слоя, и пара «слой/подложка» будет представлять собой систему типа «твердый слой/мягкая

подложка». В оптоэлектронике, скажем, при создании приборов МЕМС требуются покрытия из достаточно мягких материалов, нанесенные на твердую подложку, и полученная система будет относиться к типу «мягкий слой/твердая подложка». Не менее интересными сочетаниями, с фундаментальной точки зрения, являются пары с близкими прочностными и пластическими свойствами, то есть системы типа «твердый слой/твердая подложка» и «мягкий слой/мягкая подложка».

Однако на сегодняшний день работы по изучению и сопоставлению механических параметров материалов, потенциальных пар для создания КС почти отсутствуют [8, 9, 11, 13]. Поэтому задача данной работы – исследование механических свойств двух отдельных веществ, а именно поликристаллической меди и монокристаллического LiF, с тем чтобы на их основе создать КС Cu/LiF. Полученные результаты будут сопоставлены между собой и оценены ожидаемые свойства будущей композитной структуры.

## ЭКСПЕРИМЕНТ

Выбранные для исследования исходные компоненты Cu и LiF имеют много общих свойств: принадлежность к кубической структуре, невысокие и довольно близкие значения микротвердости ( $H_B \approx 0,8$  ГПа для Cu и  $H_B \approx 1,1$  ГПа для LiF), достаточно высокие пластические свойства. Это означает, что созданная на их основе КС Cu/LiF будет принадлежать к системе типа «мягкий слой/мягкая подложка». Формирование дислокационных розеток вокруг отпечатков в подложке LiF при  $T_{\text{комн.}}$  позволит провести анализ отклика подложки в зависимости от величины нагрузки на индентор при динамическом индентировании КС Cu/LiF.

Изучение механических свойств проводили методом динамического индентирования на приборе Nanotester-PMT3-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 нагружение-разгрузка для 18 максимальных нагрузок,  $P_{\text{макс}} = 2 \div 900$  мН по следующей схеме: нагружение – 20 с, выдержка при максимальной нагрузке ( $P_{\text{макс}}$ ) – 5 с, разгрузка – 20 с. Для каждой нагрузки наносилось по пять отпечатков. Результаты вычислялись как среднее значение пяти 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 была оценена специфика протекания упругопластической деформации изучаемых материалов.

- Вычисления проводились по методу Оливера-Фарра [18]. Все вычисления выполнялись автоматизированно с помощью программного обеспечения прибора.

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

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

где  $P_{\text{макс}}$  – максимальная нагрузка на индентор Берковича;  $A_{\text{макс}}$  – 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  $\nu$  – соответственно модуль упругости и коэффициент Пуассона образца,  $E_i$  и  $\nu_i$  – 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;  $\beta$  – поправочный коэффициент Кинга для индентора Берковича, равный 1,034.

Для выявления дислокационных структур вокруг отпечатков на монокристаллах LiF использовался стандартный селективный травитель, слабо концентрированный водный раствор  $\text{FeCl}_3$ .

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

### *Механические свойства и поведение поликристаллической меди при наномикроиндентировании*

Образец Cu размером (10x10x2) мм был вырезан из объемного слитка меди высокой чистоты. Для подготовки рабочей поверхности образец полировали химически в концентрированной  $\text{HNO}_3$  для удаления дефектного слоя, полученного вследствие механической обработки, и для выявления тонкой зеренной структуры, что указывало на отсутствие механических дефектов и внутренних напряжений в образце.

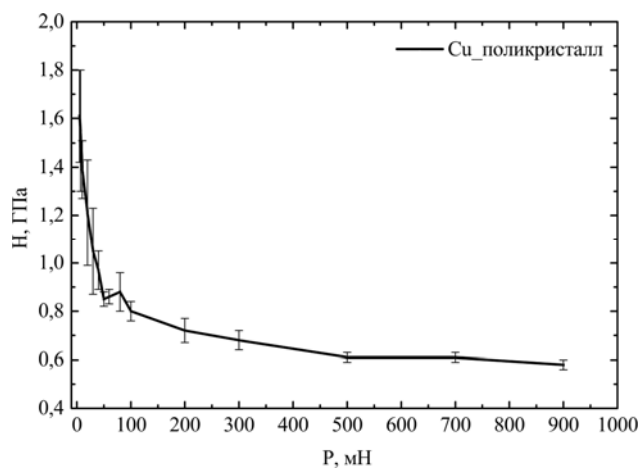


Рис. 1. Зависимость  $H_{Cu}(P)$ , «твердость-нагрузка» для поликристаллической меди.

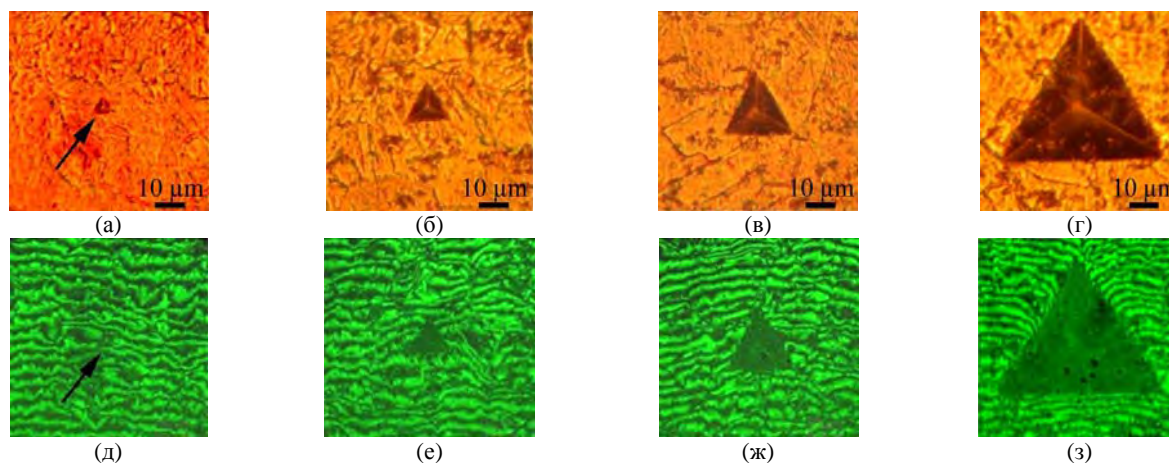


Рис. 2. Оптическая микроскопия. Вид отпечатков Берковича на поверхности поликристаллической Cu, полученных при разных нагрузках в режиме отражения (а–г) и в режиме интерференции (д–з).  $P$ , мН: (а), (д) – 20; (б), (е) – 80; (в), (ж) – 200; (г), (з) – 900. На рис. (а), (д) стрелками показан отпечаток для 20 мН.

Как показали измерения, величина модуля Юнга ( $E_{Cu}$ ) мало зависит от величины нагрузки и соответствует примерно значению 125 ГПа. Что касается твердости, то она оказалась более чувствительной к изменению нагрузки. На рис. 1 представлена зависимость «твердость-нагрузка»,  $H_{Cu}(P)$ , для образца меди. Видно, что при уменьшении нагрузки с 900 до 5 мН твердость возрастает более чем в 2 раза, причем перелом кривой наблюдается в интервале нагрузок (100÷80) мН, что коррелирует с результатами работы [1]. Такая зависимость значений твердости от изменения приложенной нагрузки, по-видимому, связана с размерным эффектом (РЭ) (Indentation Size Effect, ISE), который характерен для большого числа материалов. Изучение микроструктуры отпечатков выявило пластический характер деформации во всем интервале нагрузок (рис. 2). Закономерный вынос материала на поверхность в виде холмиков у центра сторон придает отпечаткам слегка выпуклую форму и вызывает изгиб интерференционных полос, особенно заметный при больших нагрузках (рис. 2г,ж).

Зависимости  $P(h)$ , представленные на рис. 3, указывают на довольно гомогенное протекание процесса, особенно в интервале больших нагру-

зок, и на незначительную релаксацию материала при удалении нагрузки: участок кривой на стадии разгрузки идет почти перпендикулярно оси  $X$ . Однако в области малых нагрузок можно заметить несколько «pop-in» эффектов на начальной стадии процесса нагружения (рис. 3а). Из литературы известно [1, 19–22], что «pop-in» эффекты могут иметь различную природу. С одной стороны, они могут быть связаны с интенсивным зарождением и движением дислокаций в деформируемом материале, с другой – они могут быть обусловлены зарождением и распространением трещин.

Как было продемонстрировано на рис. 2, отпечатки при всех нагрузках являются пластическими, без каких-либо разрушений даже при самой большой нагрузке 900 мН, то есть хрупкие разрушения не могут быть причиной возникновения «pop-in» эффектов. Тем более что «pop-in» ступеньки наблюдались в самом начале протекания процесса внедрения индентора, когда деформация носила сугубо пластический характер.

Причину появления «pop-in» эффектов лучше можно понять из рассмотрения кривых деформирования в динамике для отдельных нагрузок.

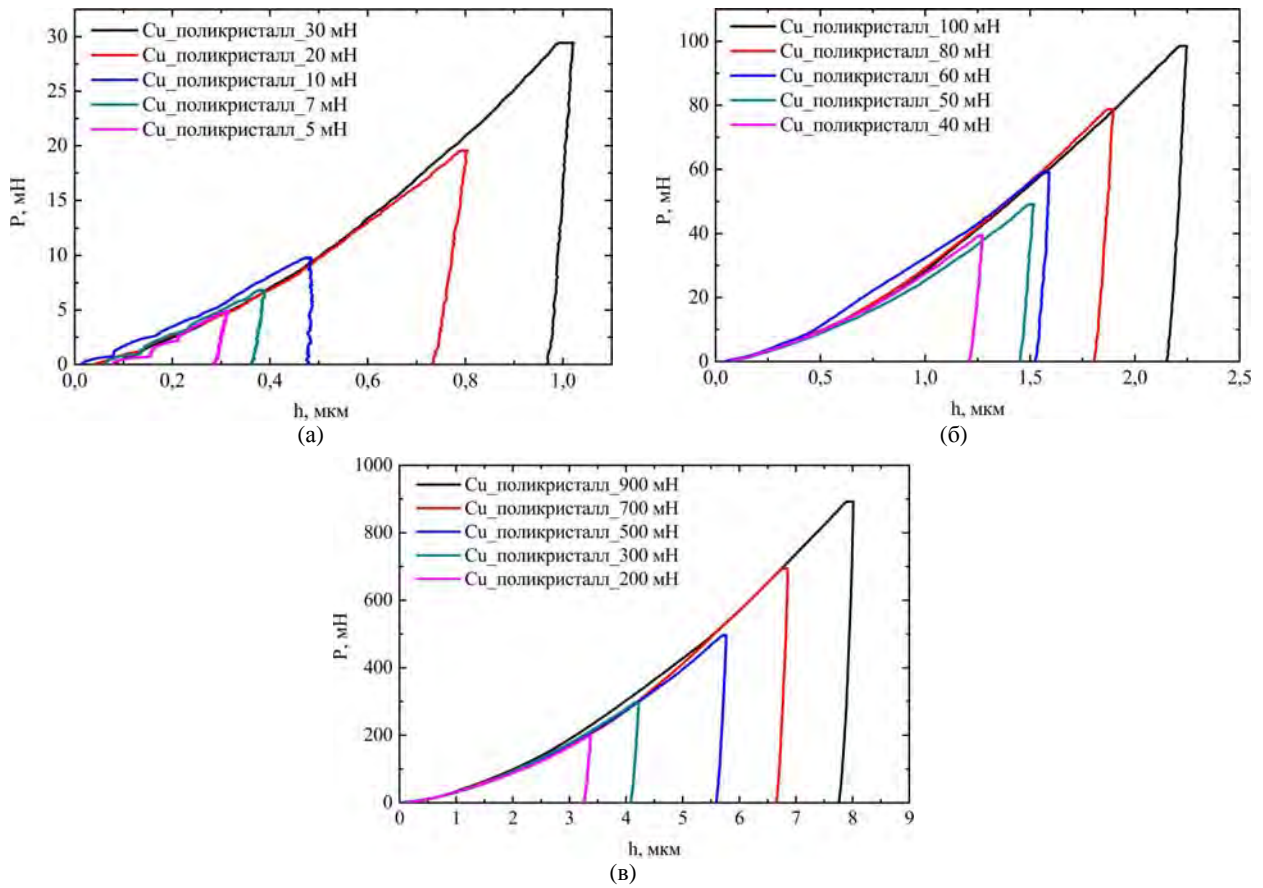


Рис. 3. Поликристаллическая медь. Кривые «нагрузка-разгрузка»,  $P(h)$ , полученные при разных максимальных нагрузках,  $P_{\text{макс}} = 5\text{--}900$ .

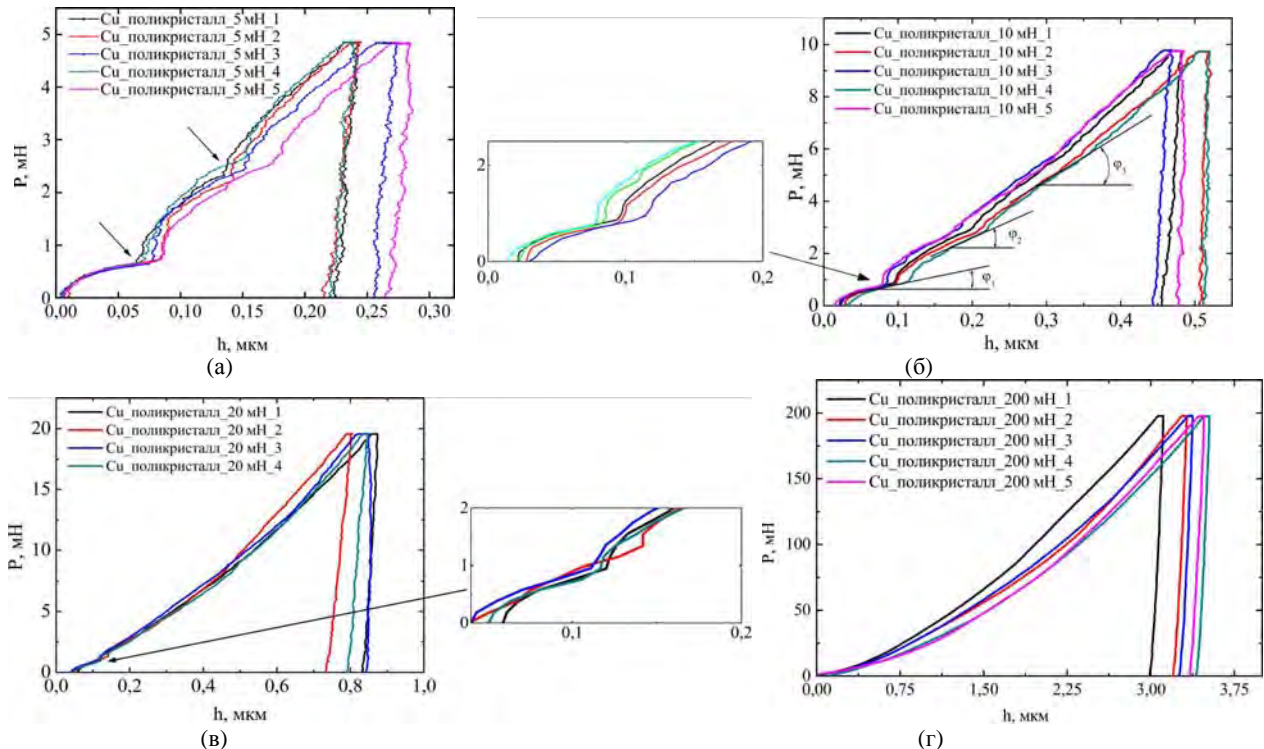


Рис. 4. Поликристаллическая медь. Кривые «нагрузка-разгрузка»,  $P(h)$ , полученные при разных максимальных нагрузках,  $P_{\text{макс}}$ , мН: (а) – 5; (б) – 10; (в) – 20; (г) – 200. Стрелками указаны «pop-in» эффекты на начальных стадиях нагружения. Вставки к рис. 4б,в показывают области «pop-in» эффектов при большем увеличении.

Из 15 нагрузок, при которых были нанесены отпечатки, на рис. 4 представлены четыре, наиболее характерные: 5, 10, 20 и 200 мН. Обращает на себя внимание появление двух крупных

«pop-in» ступенек на первой стадии процесса нагружения, которые гораздо нагляднее проявляются на малых нагрузках (рис. 4а). Ввиду уменьшенного масштаба графиков для больших

нагрузок (рис. 4б,в) ступеньки «pop-in» выглядят меньшего размера или кажутся отсутствующими (рис. 4г). Чтобы их визуализировать, участки кривых на рис. 4б,в, соответствующие начальной стадии индентирования, показаны в увеличенном масштабе. Из вставок следует, что для различных  $P_{\text{макс}}$  начальная стадия процесса внедрения индентора протекает аналогичным образом. При этом примечательным является тот факт, что первая «pop-in» ступенька формируется на всех кривых  $P(h)$  при одинаковых критических нагрузках  $P = 0,6\text{--}0,7$  мН, а вторая – при  $P = 2,0\text{--}2,5$  мН. Это указывает на одинаковую природу появления первого и второго «pop-in» эффектов, а именно на достижение максимальных напряжений сдвига под индентором, который вызывает начало пластической деформации путем зарождения внутризеренных дислокаций после первоначального упругого участка кривой. С дальнейшим ростом нагрузки на кривых индентирования просматриваются и другие, меньшие по размеру ступеньки. Такое поведение поликристалла меди в процессе индентирования, скорее всего, является результатом дальнейшей активации внутризеренного и межзеренного дислокационных механизмов по мере углубления индентора [17, 19]. Результатом усложнения деформированной зоны под индентором при увеличении  $P_{\text{макс}}$  является увеличение угла наклона кривых по мере нарастания нагрузки, так что  $\varphi_1 < \varphi_2 < \varphi_3$  (см. рис. 4б).

#### *Механические свойства и поведение монокристалла LiF при наномикроиндентировании*

Для изучения механических свойств и специфики деформирования кристалла-подложки LiF образец был выколот из того же крупного монокристалла, который служил для изготовления подложки в композитных системах Cu/LiF методом магнетронного распыления. Образцы в виде призм с гранями типа {100} имели линейные размеры  $\sim(10 \times 10 \times 2)$  мм. Для работы были использованы свежесколотые поверхности без какой-либо обработки.

На рис. 5 представлены зависимости  $E_{\text{LiF}}(P)$  и  $H_{\text{LiF}}(P)$  для кристалла LiF. Они имеют много общего с аналогичными зависимостями для Cu. Кривые для модуля Юнга слабо зависят от изменения нагрузки, а среднее значение, как и у меди, колеблется около  $E_{\text{LiF}} = 125$  ГПа, незначительно возрастая при самых маленьких и самых больших нагрузках. В свою очередь, кривая  $H_{\text{LiF}}(P)$  для LiF, как и для Cu (см. рис. 1), проявляет зависимость от нагрузки, увеличиваясь с ее уменьшением. При больших нагрузках  $H_{\text{LiF}} \approx 1,2$  ГПа, затем проходит через небольшой минимум с  $H \approx 1,1$  ГПа при максимальных

нагрузках около 200 мН, после чего возрастает до значений  $H_{\text{LiF}} \approx 1,6$  ГПа при  $P_{\text{макс}} = 5$  мН, увеличившись примерно в 1,45 раза. То есть монокристаллический LiF, как и поликристаллическая медь, проявляет размерный эффект при малых нагрузках. Таким образом, материалы, выбранные для формирования данной КС Cu/LiF, проявляют близкие значения механических параметров и могут быть классифицированы как «мягкое-на-мягком».

Доказательством сказанному служит и вид микроструктуры отпечатков. В качестве примера на рис. 6 представлен монтаж из четырех отпечатков, нанесенных на грань (001) при разных  $P_{\text{макс}}$ : 10, 30, 50 и 100 мН. Видно, что отпечатки являются высокопластичными со слегка выпуклыми сторонами, что свидетельствует о выносе материала из-под индентора на поверхность в виде холмиков [23]. Это подтверждается и изгибом интерференционных полос в окрестности отпечатков (см. вставку на рис. 6а); изгиб полос вверх соответствует подъему материала. Еще нагляднее просматриваются навалы вокруг отпечатка в режиме 3D в атомно-силовом микроскопе (рис. 6б). Высокие пластические свойства кристалла подтверждаются и видом кривых наноиндентирования  $P(h)$  (рис. 7). В целом кривые  $P(h)$  имеют гомогенный характер, наглядно проявляющийся при высоких нагрузках (рис. 7б,в).

Кроме этого, на кривых деформирования отмечаются незначительные осцилляции или «зубчатость» (наиболее четко заметные при малых нагрузках – рис. 7а, кстати, наблюдаемые также и при индентировании меди, см. рис. 4) как на стадии внедрения индентора, так и на стадии разгрузки (“serration effect”). Этот эффект может быть связан с упругопластическим восстановлением (релаксацией) материала, имеющим место на протяжении всего процесса индентирования [13, 17, 24–30], и в соответствии с работами [31–35] может свидетельствовать о волновом характере процесса индентирования.

Аналогично деформированию меди на кривых «напряжение-разгрузка» для LiF отмечается появление крупного «pop-in» эффекта на первой стадии процесса нагружения, который наиболее наглядно проявляется на малых нагрузках, образуя перегиб кривой (рис. 7а). Данный перегиб является общим для всех кривых и появляется после начального упругого участка, когда индентор достигает глубины  $h \approx (0,02\text{--}0,04)$  мкм. Это указывает на то, что кристалл подвергается упругой деформации до глубины  $\sim 20$  нм. Первые признаки остаточной пластической деформации появляются в объеме кристалла, когда индентор проникает до глубины порядка 40–100 нм (рис. 8).

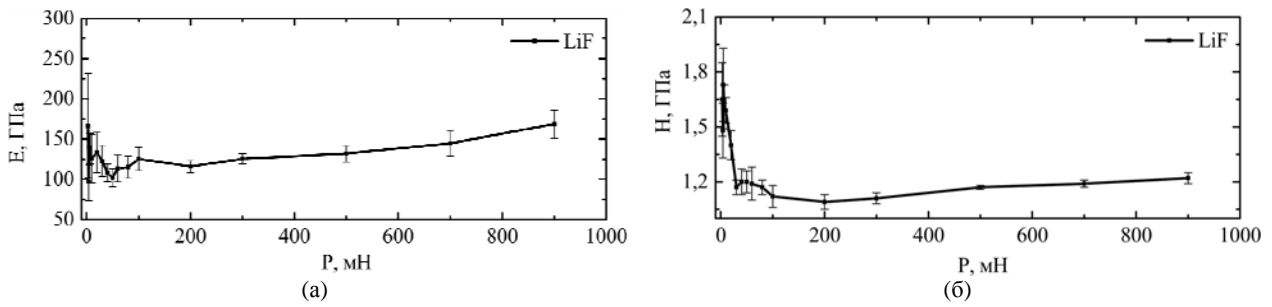


Рис. 5. Монокристалл LiF. Зависимости: (а) – «модуль Юнга-нагрузка»,  $E(P)$  и (б) – «твердость-нагрузка»,  $H(P)$ .

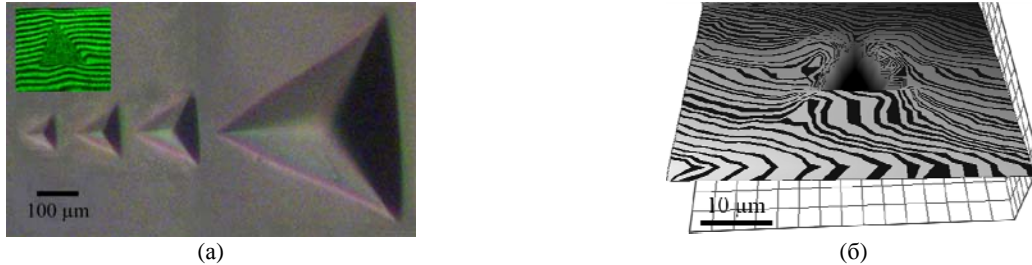


Рис. 6. Монокристалл LiF: (а) – монтаж из четырех отпечатков, нанесенных на грань (001) при разных  $P_{\text{макс}}$  (слева направо): 10, 30, 50 и 100 мН. На вставке изображение отпечатка при  $P = 30$  мН в режиме интерференции; (б) – рельеф поверхности вокруг отпечатка в атомно-силовом микроскопе.  $P_{\text{макс}} = 10$  мН.

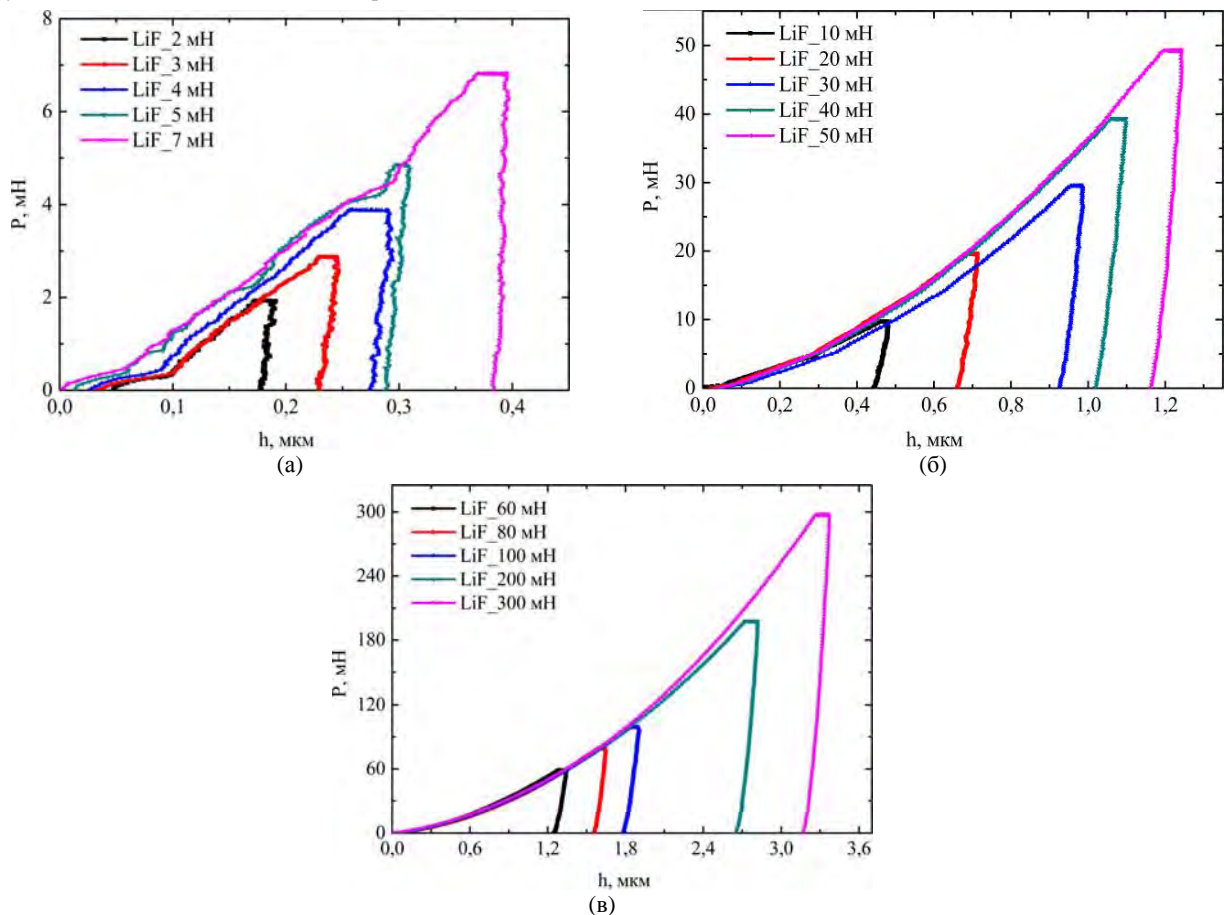


Рис. 7. LiF. Кривые «нагрузка-разгрузка»,  $P(h)$ , полученные при разных максимальных нагрузках.  $P_{\text{макс}} = 2 \div 300$  мН.

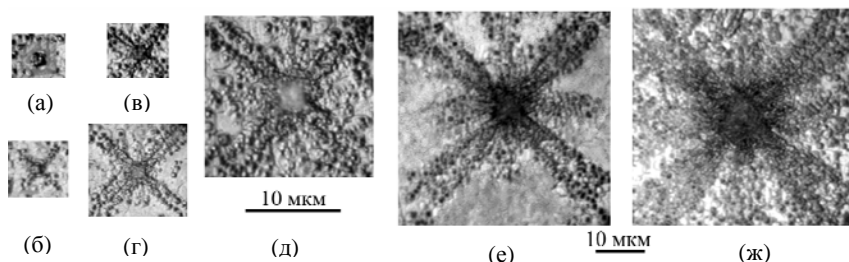
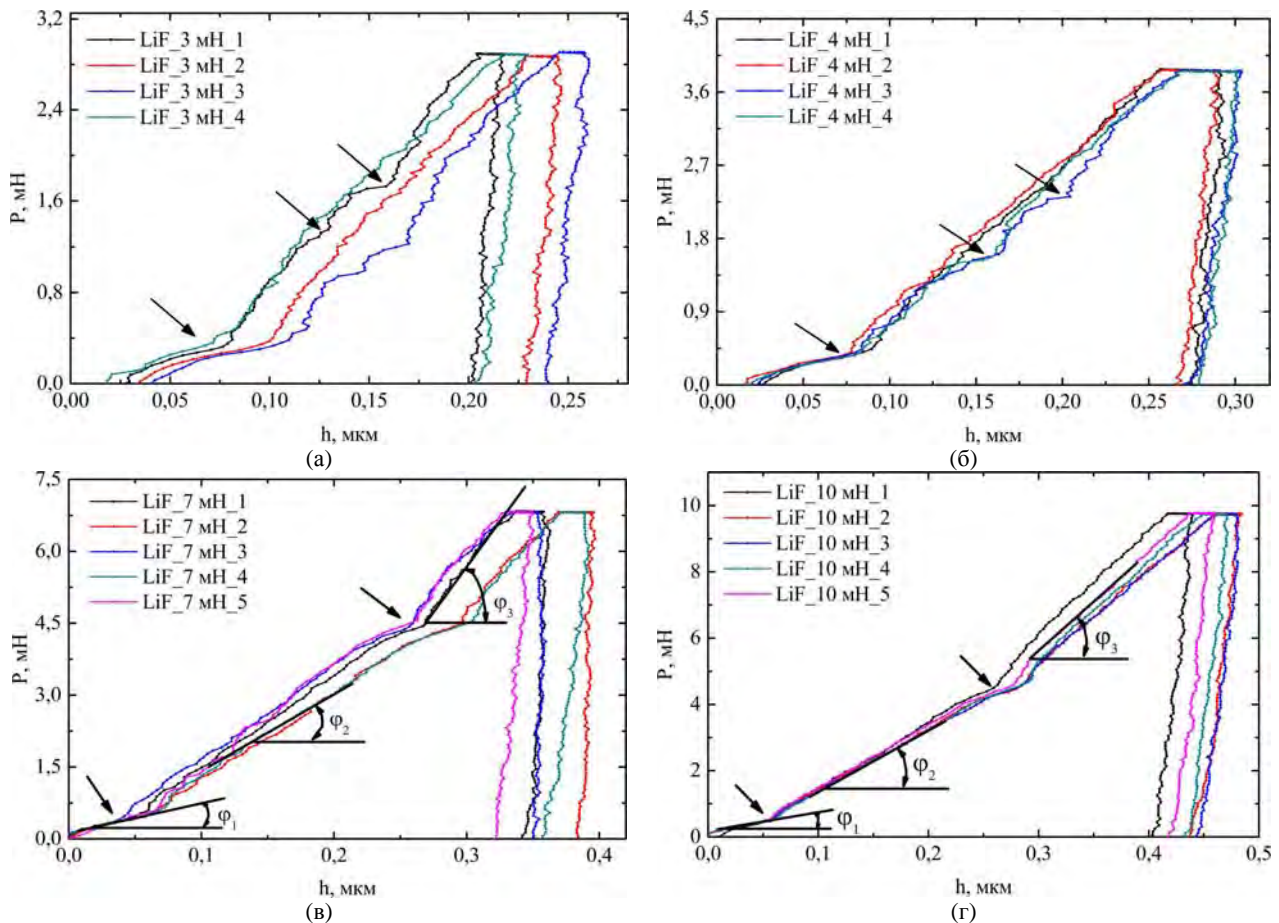


Рис. 8. LiF. Дислокационные розетки, выявленные методом селективного химического травления вокруг отпечатков, нанесенных при разных  $P_{\text{макс}}$ , мН: (а) – 2; (б) – 5; (в) – 10; (г) – 60; (д) – 100; (е) – 300; (ж) – 900.



**Рис. 9.** Кривые «нагружение-разгрузка»,  $P(h)$ , полученные при разных максимальных нагрузках.  $P_{\text{макс}}$ , мН: (а) – 3; (б) – 4; (в) – 7; (г) – 10. Стрелками указаны «pop-in» эффекты на начальных и последующих стадиях нагружения.

Отметим также, что остаточная пластическая деформация инициируется при одних и тех же критических нагрузках  $\sim 0,2\text{--}0,3$  мН для всех  $P_{\text{макс}}$ , что было установлено при детальном анализе отдельных кривых  $P(h)$  (рис. 9). Данный факт подтверждает одинаковую природу появления «pop-in» эффекта, и именно достижение максимальных касательных напряжений под индентором вызывает зарождение дислокаций и начало пластической деформации [19]. При достижении нагрузки  $\sim 0,4\text{--}0,5$  мН угол наклона кривых ( $\varphi$ ) возрастает примерно от  $10$  до  $\sim 50^\circ$  (рис. 9а), а на линиях кривых наблюдается много более мелких «pop-in» ступенек (некоторые из них показаны стрелками на рис. 9). Это указывает на процессы размножения дислокаций и вызванное этим увеличение сопротивления решетки пластической деформации, то есть упрочнение структуры и соответственно увеличение угла  $\varphi$ .

Когда динамическая нагрузка достигает  $P \approx 4,5$  мН (см. рис. 9в,г), кривые  $P(h)$  претерпевают еще один перегиб, указывающий на появление новой стадии упрочнения, которая, по всей вероятности, обусловлена изменением механизма пластической деформации за счет усложнения дислокационной структуры, и как в случае деформирования меди,  $\varphi_1 < \varphi_2 < \varphi_3$ . Последующий рост  $P_{\text{макс}}$  до 900 мН не выявляет на кривых

новых ярких «pop-in» ступенек, кривые имеют гладкий, ровный, гомогенный ход, то есть упрочнение кристалла протекает более монотонно. Данное упрочнение прослеживается и на рис. 5, где при нагрузках  $P_{\text{макс}} > 200$  мН кривые  $E(P)$  и  $H(P)$  имеют незначительный восходящий ход.

В ранних исследованиях [23, 36, 37] при изучении особенностей деформирования ионных кристаллов и металлов методом одноосного растяжения и сжатия было показано, что на кривых деформирования, как правило, проявляется стадийность пластической деформации. Было показано, что стадийность обусловлена изменением механизма деформирования. Стадии деформационного упрочнения определялись по перегибам на деформационных кривых  $\sigma(\varepsilon)$ , где  $\sigma$  – приложенное напряжение, а  $\varepsilon$  – сдвиговая деформация. Величина коэффициента деформационного упрочнения определялась как  $\Theta = \delta\sigma/\delta\varepsilon$  [23, 36–38]. По аналогии с методом одноосной деформации по кривым  $P(h)$ , представленным на рис. 9, также можно оценить коэффициент деформационного упрочнения как  $\Theta = \text{tg}\varphi$  для трех углов наклона  $\varphi_1, \varphi_2$  и  $\varphi_3$ .

По усредненным величинам углов, оцененных исходя из кривых  $P(h)$  (рис. 9), были рассчитаны коэффициенты деформационного упрочнения

для трех отмеченных стадий. Они примерно составили:  $\Theta_1 = 0,2$ ;  $\Theta_2 = 0,55$ ;  $\Theta_3 = 1,24$ , что наглядно демонстрирует возрастание упрочнения в зоне отпечатков по мере увеличения нагрузки. Таким образом, можно заключить, что при углублении индентора деформированная зона эволюционирует от простой дислокационной розетки к структурам с большой плотностью дислокаций, образованию сидячих дислокаций, дислокационных сеток, формированию дисклинаций и др. [39, 40]. Подтверждением сказанному служит и вид дислокационных розеток, представленных на рис. 8, которые демонстрируют увеличение размеров дислокационных лучей розеток вокруг отпечатков и резкое возрастание плотности дислокаций в центральной части розеток, в особенности в зоне под отпечатком.

Таким образом, детальный анализ кривых деформирования и эволюции формирования отпечатков при наномикроиндентировании поликристаллической меди и монокристаллического фторида лития продемонстрировал наличие общих закономерностей, сопровождающих процесс внедрения индентора в широком интервале нагрузок.

Интересно отметить и некоторое различие в поведении меди и LiF при индентировании, а именно ход кривых при разгрузке образца. Если у меди линия кривой на этапе разгрузки располагается приблизительно перпендикулярно к оси абсцисс, что указывает на почти полное отсутствие восстановления отпечатка при удалении нагрузки, то у кристалла LiF эта линия слегка изогнута в сторону оси ординат и означает наличие некоторого уменьшения глубины отпечатка, то есть наличие упругопластического восстановления деформированной зоны под индентором.

Исследованные материалы использованы для образования композитных структур Cu/LiF с различной толщиной слоя Cu ( $t = 85, 470$  и  $1000$  нм). Механические свойства указанных КС Cu/LiF, полученных методом магнетронного распыления, изучены аналогичными методами, что и базовые компоненты, с целью выявления общих и специфических свойств вновь созданных материалов. Результаты исследований будут опубликованы в последующих работах.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Проведено исследование механических свойств и особенностей деформирования поликристаллической меди и монокристаллического LiF при динамическом наномикроиндентировании. Выявлено наличие общих закономерностей, сопровождающих процесс внедрения индентора в широком интервале нагрузок, таких как появление «pop-in» эффекта на начальной стадии

процесса нагружения, возникновение дополнительных «pop-in» ступенек с ростом нагрузки, формирование навалов вокруг отпечатков. Подобный характер деформирования является результатом последовательной активации различных дислокационных механизмов по мере углубления индентора. Наряду с большим сходством в специфике деформирования отмечены и некоторые различия в свойствах данных материалов при действии концентрированной нагрузки, почти полное отсутствие восстановления отпечатков на меди при удалении нагрузки и наличие некоторого упругопластического восстановления деформированной зоны под индентором на LiF.

Полученные результаты предназначены для сравнения механических параметров и упругопластических свойств отдельных компонент Cu и LiF с аналогичными параметрами композитных систем «слой/подложка» (КС Cu/LiF), созданных на их основе.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Qian L., Li M., Zhou Zh., Yang H., Shi X. *Surf Coat Tech.* 2005, **195**, 264–271.
2. Volinsky A.A., Gerberich W.W. *Microelectron Eng.* 2003, **69**, 519–527.
3. Suresh S., Nieh T.-G., Choi B.W. *Scripta Mater.* 1999, **41**(9), 951–957.
4. Han S.M., Saha R., Nix W.D. *Acta Mater.* 2006, **54**, 1571–1581.
5. Yang J., Huang Y., Xu K. *Surf Coat Tech.* 2007, **201**, 5574–5577.
6. Qian L.M., Xian X.D., Sun Q.P., Yu T.X. *Appl Phys Lett.* 2004, **84**, 1076–1078.
7. Chicot D. *Mater Sci Engring A.* 2009, **499**, 454–462.
8. Saha R., Nix W.D. *Acta Mater.* 2002, **50**, 23–28.
9. Manika I. and Maniks J. *J Phys D Appl Phys.* 2008, **41**, 074010 (6pp).
10. Шугуров А.Р., Панин А.В., Оскомов К.В. *ФТТ.* 2008, **50**(6), 1007–1012.
11. Korsunsky A.M., McGurk M.R., Bull S.J., Page T.F. *Surf Coat Tech.* 1998, **99**, 171–183.
12. Beegan D., Chowdhury S., Laugier M.T. *Surf Coat Tech.* 2005, **192**, 57–63.
13. Beegan D., Chowdhury S., Laugier M.T. *Thin Solid Films.* 2004, **466**, 167–174.
14. Beegan D., Chowdhury S., Laugier M.T. *Surf Coat Tech.* 2003, **176**, 124–130.
15. Myung H.S., Lee H.M., Shaginyan L.R., Han J.G. *Surf Coat Tech.* 2003, **163-164**, 591–596.
16. Chien Ch.-H., Jian S.-R., Wang Ch.-T., Juang J.-Y., et al. *J Phys D Appl Phys.* 2007, **40**, 3985–3990.
17. Soer W.A., De Hosson J.Th.M., Minor A.M., Morris J.W., Stach E.A. *Acta Mater.* 2004, **52**, 5783–5790.
18. Oliver W.C., Pharr G.M. *J Mater Res.* 1992, **7**(6), 1564–1580.



19. Lorenz D., Zeckzer A., Hilpert U., Grau P., et al. *Phys Review B*. 2003, **67**, 172101-1–172101-4.
20. Pharr G.M., Oliver W.C., Clarke D.R. *J Electron Mater.* 1990, **19**(9), 881–887.
21. Chen Sh., Liu L., Wang T. *Acta Mater.* 2004, **52**, 1089–1095.
22. Liu Y., Ngan A.H.W. *Scripta Mater.* 2001, **44**, 237–241.
23. Боярская Ю.С., Грабко Д.З., Кац М.С. *Физика процессов микроиндентирования*. Кишинев: Штиинца, 1986. 294 с.
24. Wang F., Xu K. *Mater Lett.* 2004, **58**, 2345–2349.
25. Croitor L., Coropceanu E.B., Chisca D., Vasa S.G., et al. *Crystal Growth & Design*. 2014, **14**, 3015–3025. [Dx.doi.org/10.1021/cg500646r](https://doi.org/10.1021/cg500646r).
26. Grabco D., Shikimaka O., Elisa M., Sava B., et al. *Surf Eng Appl. Electrochem.* 2012, **48**(5), 430–438.
27. Grabco D., Harea E., Shikimaka O. and Sherban D. Elastoplastic Response of TCO/Si Coated Systems to Local Loading. In: *Horizons in World Physics*, Nova Publisher, USA. Chapter IV, 2012, **277**, 111–131.
28. Головин Ю.И., Васюков В.М., Коренков В.В., Столяров Р.А., и др. *ЖТФ*. 2011, **81**(5), 55–58.
29. Fang T.-H., Chang W.-J. and Lin C.M. *Microelectron Eng.* 2005, **77**, 389–398.
30. Suresh S., Nieh T.-G. and Choi B.W. *Scripta Mater.* 1999, **41**, 951–957.
31. Zuev L.B., Barannikova S.A., Zarikovskaya N.V. and Zykov I.Yu. *Phys Solid State+*. 2001, **43**, 1483.
32. Danilov V.I., Kononov S.V., Juravleova S.V., Zuev L.B. and Gromov V.E. *Tech Phys+*. 2005, **50**(3), 376–379.
33. Dey A., Chakraborty R. and Mukhopadhyay A.K. *J Non-Cryst. Solids*. 2011, **357**, 2934–2940.
34. Chakraborty R., Dey A. and Mukhopadhyay A.K. *Metall Mater Trans A*. 2010, **41A**, 1301–1312.
35. Croitor L., Grabco D.Z., Coropceanu E.B., Pyrtsac C., et al. *Cryst Eng Comm.* 2015, **17**, 2450–2458. DOI: 10.1039/c4ce02444 c.
36. Смирнов Б.И. *Дислокационная структура и упрочнение кристаллов*. Ленинград: Наука, 1981. 235 с.
37. Бернер Р., Кронмюллер *Пластическая деформация монокристаллов*. М.: Мир Г., 1961. 272 с.
38. Скворцова Н.П., Кривандина Е.А., Каримов Д.Н. *ФТТ*. 2008, **50**(4), 639–643.
39. Grabco D., Pushcash B., Dyntu M., Shikimaka O. *Phil Mag A*. 2002, **82**(10), 2207–2215.
40. Grabco D. *Moldavian J. Physical Science*. 2002, **1**(3), 94–103.

Поступила 13.10.14

После доработки 01.04.15

### Summary

The paper deals with an investigation of mechanical properties and deformation peculiarities of polycrystalline copper and single-crystal LiF under dynamic nano-indentation. It is shown that the value of hardness and Young's modulus depend on the magnitude of the applied load ( $P_{\max}$ ): the higher the latter, the lower  $H$  and  $E$ . Common regularities that accompany the process of the indenter deepening in a wide range of loads are revealed. They are: the emergence of the “pop-in” effect at the initial stage of the loading process, the formation of more “pop-in” steps with the load increase, the formation of pile-ups around the indentations. Such behavior of deformation is the result of a sequential activation of different dislocation mechanisms at the indenter deepening. Along with a great similarity in the specificity of deformation, some differences were observed at the unloading stage. The results obtained are oriented on the comparison of mechanical properties of the Cu and LiF individual components with the same properties of the “coating/substrate” composite systems (CS Cu/LiF), created on their basis.

*Keywords: mechanical properties, specificity of deformation, copper, LiF, dynamic indentation.*