Общероссийский математический портал

Л. А. Митлина, М. Р. Виноградова, Т. В. Янковская, Основные закономерности упругопластического и хрупкого разрушения эпитаксиальных феррошпинелей, *Вестн. Сам. гос. техн. ун-та. Сер. Физ.-мат. науки*, 2004, выпуск 26, 141–150

DOI: <https://doi.org/10.14498/vsgtu191>

Использование Общероссийского математического портала Math-Net.Ru подразумевает, что вы прочитали и согласны с пользовательским соглашением
<http://www.mathnet.ru/rus/agreement>

Параметры загрузки:

IP: 3.81.55.215

26 апреля 2023 г., 08:22:15

Л.А. Митлина, М.Р. Виноградова, Т.В.Янковская

ОСНОВНЫЕ ЗАКОНОМЕРНОСТИ УПРУГОПЛАСТИЧЕСКОГО И ХРУПКОГО РАЗРУШЕНИЯ ЭПИТАКСИАЛЬНЫХ ФЕРРОШПИНЕЛЕЙ

Рассматриваются особенности поверхностного разрушения эпитаксиальных феррошпинелей магний-марганцевой системы при упругопластическом вдавливании индентора. Показано, что характер зависимости микротвердости, микрохрупкости и микропрочности от глубины внедрения индентора, а также от величины разупрочнения поверхностного слоя зависит от состава феррита, типа и концентрации дефектов.

По своим механическим свойствам в диапазоне температур $(-100 \div +125^{\circ}\text{C})$ ферриты относятся к хрупким материалам, так как деформации при разрушении достигают порядка $0,03 \div 0,2\%$ [1].

Среди методов изучения механических свойств полупроводниковых материалов, отличительной особенностью которых является высокая хрупкость, особая роль принадлежит методам испытания на микровдавливание, т.е. методам испытания на микротвердость.

Микротвердость - одна из физико-химических характеристик материала, которая в простой доступной форме дает информацию о некоторых функциональных свойствах материала, таких, как характер и прочность химической связи [2,3]. Метод микровдавливания очень чувствителен к изменению химического состава, степени дефектности структуры: плотности дислокаций, размеру блоков и др. Детальные исследования различных соединений выявили четкую зависимость микротвердости от особенностей электронного кристаллического строения материала [3-6]. Твердость повышается с увеличением валентности, координационного числа атомов и степени ковалентности связи, а также с уменьшением параметра решетки.

Величина твердости удовлетворительно коррелирует с другими механическими свойствами материала: модулями Юнга и сдвига, пределом прочности, коэффициентом деформационного упрочнения, пределом текучести и др.[7,8]. Исследование корреляции между микротвердостью и упругими константами позволяет выяснить роль упругой и пластической деформации при испытаниях на микротвердость. Исследование механизма формоизменения хрупких материалов в условиях микроиндентации дает ответ на вопрос: каков действительный механизм массопереноса материала в условиях нагружения его индентором –дислокационный [9,10], краудсионный [11,12] или какого либо другого типа [13]. Для хрупких материалов, т.е. материалов с низкой релаксационной способностью, могут быть полезны также сведения о микрохрупкости, полученные из опытов по микровдавливанию. Склонность материала к хрупкому разрушению связана с физико-химическими свойствами материала [14,15]. Установление корреляции между микрохрупкостью и межатомной связью может дать полезную информацию о снижении хрупкости и повышении релаксационных способностей материала путем легирования компонентами, снижающими силы межатомной связи.

Данная работа является продолжением работ [16-19] по изучению общих закономерностей упругопластического и хрупкого разрушения эпитаксиальных феррошпинелей при микроиндентировании.

В работе решаются следующие задачи: 1) выяснение влияния состава пленок феррошпинелей на зависимость микротвердости, микрохрупкости, микропрочности от глубины внедрения индентора; 2) установление зависимости интенсивности процесса упругопластического деформирования и интенсивности хрупкого разрушения при вдавливании индентора от состава типа термообработки; 3) выяснение механизма массопереноса материала в условиях нагружения индентора.

Объекты и методы исследования. Пленки исходного состава $\text{Mg}_x\text{Mn}_{1-x}\text{Fe}_2\text{O}_4$ с различным значением x выращены методом химических транспортных реакций на (001) плоскости оксида магния с последующей закалкой от температуры синтеза ($T_c \sim 1300\text{K}$) в атмосфере воздуха или азота. По данным рентгенографического и микроструктурного анализов исследуемые образцы однофазны и имеют структуру шпинели. Пленки, полученные данным методом, имели зеркальную поверхность 11 класса чистоты и не требовали обработки для изучения характеристик вязкости разрушения. Исследование морфологии растущей поверхности проводилось оп-

тическим методом с использованием микроскопа МБИ-6. Оценка размеров блоков производилась по методике [20]. Дислокационная структура пленок выявлялась методом травления в кипящем 50% растворе соляной кислоты.

Для оценки микротвердости, микропрочности и микрохрупкости использовался метод микроиндентирования. Исследования производились на приборе ПМТ-3 путем вдавливания алмазной пирамиды Виккерса с углом при вершине 136° и отношением глубины внедрения к диагонали отпечатка $h:d=1:7$. Все измерения проводили в идентичных условиях: время нагружения, выдержки и снятия нагрузки составляло 10 с. Измерение размера отпечатка и трещин производили через 30 с после снятия нагрузки. Значения погрешностей в определении микротвердости, связанных с измерением отпечатка, оценивали по методике [21]. Ошибка в тарировке прибора определена экспериментально. Суммарная ошибка в измерении микротвердости при $P=1,47$ Н составила 11%.

Термообработка пленок производилась в вакууме при $T \sim 720^\circ\text{K}$ и путем облучения непрерывным излучением лазера на неодимовом стекле. Развивающуюся при облучении температуру пленки рассчитывали по методу [22]. При мощности излучения 10^5 Вт м^{-2} температура пленок достигала $520^\circ \div 720^\circ\text{K}$ [17,18].

Результаты эксперимента и их обсуждение. *Интенсивность процесса упругопластического деформирования и хрупкого разрушения эпитаксиальных феррошпинелей при микроиндентировании.* Микровдавливание ферритов индентором сопровождается хрупким разрушением отдельных микрообъемов этих материалов [23], которое приводит к образованию зоны хрупкой повреждаемости в районе отпечатка. Размеры этой зоны (D) определяются прочностными и пластическими свойствами материала, а также условиями опыта: нагрузка, угол вдавливания.

Р и с. 1. Вид отпечатков пирамиды Виккерса и зоны хрупкой повреждаемости пленок состава MnFe_2O_4 при нагрузках: а - 0,196 Н, б - 0,49 Н, в - 0,98 Н, $\times 1400$

Р и с. 2. Вид отпечатков пирамиды Виккерса и зоны хрупкой повреждаемости пленок состава

$\text{Mg}_{0,8}\text{Mn}_{0,2}\text{Fe}_2\text{O}_4$ при нагрузках:

а - 0,196 Н, б - 0,49 Н, в - 0,98 Н, $\times 1400$

На рис. 1 и 2 показана типичная картина исследованной поверхности эпитаксиальных феррошпинелей при микровдавливании. Видно, что пластическая деформация под индентором протекает при комнатной температуре для всех рассмотренных составов, поскольку наблюдаются отпечатки. Однако с увеличением размеров остаточного отпечатка, являющегося локальным концентратором напряжений, с ростом нагрузки на индентор происходит зарождение и

развитие хрупкого разрушения испытуемого материала в микрообъемах. Поэтому описание процессов микровдавливания необходимо проводить, анализируя не только зависимость $P=f(d)$, но также исследовать развитие процесса хрупкой повреждаемости материала в районе отпечатка с увеличением нагрузки на индентор $P=f(d)$ (рис. 3-4).

Р и с. 3. Зависимость длины диагонали отпечатка (а) и зоны хрупкой повреждаемости (б) от нагрузки на индентор для пленок состава $Mg_{0,8}Mn_{0,2}Fe_2O_4$ толщиной:
1 – 15 мкм, 2 – 22 мкм, 3 – 58 мкм, 4 – 22 мкм после вакуумного отжига

Р и с. 4. Зависимость длины диагонали отпечатка (а) и зоны хрупкой повреждаемости (б) от нагрузки на индентор для пленок состава $MnFe_2O_4$ толщиной 12 мкм: 1 – до отжига, 2 – после импульсного отжига в атмосфере воздуха

Такое изучение позволяет рассматривать образование отпечатка на феррошпинели как результат взаимодействия процессов упругопластического деформирования этого материала и хрупкого разрушения отдельных его микрообъемов. Результаты исследований были подвергнуты анализу Мейера с использованием построения в логарифмической системе координат зависимостей $P=f(d)$ и $P=f(D)$. Для всех исследованных составов процессы их упругопластического деформирования и хрупкого разрушения при микровдавливании описываются степенными функциями, как и в работе [23]:

$$P = ad^n, \quad P = bD^m, \quad (1)$$

где a – размерный коэффициент, характеризующий прочностные свойства испытуемого материала; n – безразмерный коэффициент, характеризующий интенсивность процесса упругопластического деформирования материала при вдавливании индентора; b – размерный коэффициент, характеризующий хрупкие свойства материала; m – безразмерный коэффициент, характеризующий интенсивность хрупкого разрушения материала в области отпечатка.

Графики функций (1) аппроксимируются в двойных логарифмических координатах прямыми линиями. При этом оказалось, что для пленок исходного состава $MnFe_2O_4$,

$Mn_{0,73}Fe_{2,27}O_4$, $Mg_{0,6}Mn_{0,4}Fe_2O_4$ аппроксимировать зависимость $\ln P = f(\ln d)$ прямой линией можно только в узком интервале размеров отпечатка. Показатель степени n для эпитаксиальных феррошпинелей является в большинстве случаев переменной величиной, увеличивающейся при уменьшении диагонали отпечатка. Для пленок исходного состава $Mg_{0,8}Mn_{0,2}Fe_2O_4$ во всем интервале отпечатков показатель n остается величиной постоянной.

Из сопоставления полученных данных (табл.1) следует, что интенсивность процесса упругопластического деформирования при вдавливании индентора зависит от состава, толщины образца и среды, в которой осуществлялась закалка и отжиг образцов. Для пленок, охлажденных в атмосфере воздуха, при увеличении магния в составе и уменьшении толщины образца интенсивность упругопластического деформирования уменьшается. Для пленок исходного состава $Mg_{0,6}Mn_{0,4}Fe_2O_4$ интенсивность увеличивается с ростом глубины вдавливания, а для $MnFe_2O_4$ уменьшается. Интенсивность процессов упругопластического деформирования минимальна для пленок $Mn_{0,65}Fe_{2,35}O_4$, охлажденных в азоте, при этом интенсивность хрупкого разрушения максимальна ($m=4$). Лазерный отжиг в атмосфере воздуха при $T=500-780^\circ K$, проведенный для пленок $MnFe_2O_4$, приводит к росту интенсивности упругопластического деформирования на 4-7% и к уменьшению интенсивности хрупкого разрушения на 18%.

Т а б л и ц а 1

Механические свойства пленок различного состава

Исходный состав	Тип охлаждения после синтеза или обработки	№ образца	Толщина пленки, мкм	Глубина вдавливания, мкм	Показатель степени	
					n	m
$Mg_{0,8}Mn_{0,2}Fe_2O_4$	Закалка в атмосфере воздуха	1	58	0,9-2,57	2.01	1.33
		2	20	0,9-2,53	2.01	1.89
		3	15	0,86-2,48	1.88	1.55
	Вакуумный отжиг	2	20	1,1-2,66	2.56	1.86
$Mg_{0,6}Mn_{0,4}Fe_2O_4$	Закалка в атмосфере воздуха	4	36	1,16-1,7	2.2	1.97
				1,7-2,79	2.43	
		5	20	1,03-1,7	2.2	2.16
				1,7-2,64	2.28	
	Вакуумный отжиг	5	20	1,1-1,76	2.17	2.14
				1,76-2,74	2.4	
$MnFe_2O_4$	Закалка в атмосфере воздуха	6	45	1,2-3,0	2.01	1.88
		7	20	1,09-1,74	2.34	2.21
		8	12	0,9-1,46	2.28	1.97
				1,46-2,44	1.88	
	Лазерный отжиг в атмосфере воздуха	8	12	0,83-1,48	2.43	
				1,48-2,51	1.95	1.61
	Вакуумный отжиг	7	20	1,11-1,83	2.33	2.33
$Mn_{0,73}Fe_{2,27}O_4$	Закалка в атмосфере воздуха			1,83-2,77	1.95	
		9	20	1,24-2,75	2.54	1.78
$Mn_{0,65}Fe_{2,35}O_4$	Закалка в атмосфере азота	10	17	1,28-2,65	2.75	2.48
		11	25	1,45-2,2	1.46	4.6
				2,2-2,82	1.6	
		12	15	1,37-2,12	2.1	
				2,12-2,82	2.62	3.83

Микротвердость, микрохрупкость, микропрочность пленок феррошпинелей. Микротвердость пленок феррошпинелей вычислялась по формуле

$$H = \frac{1854P}{d^2}, \quad (2)$$

где P - прикладываемая нагрузка; d - диагональ отпечатка.

Для оценки твердости сложных окислов используется выражение

$$H_m = a_m K_m \frac{W_{k_m} W_{a_m}}{d_m^2} b_m g_m, \quad (3)$$

где a_m - коэффициент пропорциональности; K_m - коэффициент относительной прочности химической связи; W_{k_m} и W_{a_m} - валентность катиона и аниона; d_m - межатомное расстояние; g_m - коэффициент плотности упаковки атомов; b_m - коэффициент ослабления прочности связей между атомами; индекс m у каждого коэффициента означает, что берется среднее значение. Для нахождения указанных коэффициентов используются данные работ [5,15].

Сопоставляя расчетные значения твердости (табл. 2) и экспериментальные значения микротвердости для пленок феррошпинелей при пересчете на шкалу Мооса $H_m = 0,7H^{\frac{1}{3}}$, можно видеть, что микротвердость феррошпинелей уменьшается при увеличении доли ионной связи, что не противоречит литературным данным для других неметаллических кристаллов [24]. Абсолютного совпадения расчета и эксперимента по микротвердости не наблюдается. Связано это с тем, что расчетная формула учитывает влияние основных кристаллохимических факторов, а микротвердость весьма чувствительна к различного рода дефектам структуры. Подтверждением тому является изменение микротвердости пленок феррошпинелей разной толщины [16], которая коррелирует с зависимостью удельного сопротивления, плотности дислокаций от толщины пленок.

Т а б л и ц а 2

Значение упругих модулей, кристаллохимических коэффициентов, микротвердости для пленок ферритов различного состава

Состав феррита	Катионное распределение в узлах		C_{44} Гпа	К, %	K_m	d_m	b_m	Твердость	
	A	B						расчетная	экспериментальная
$Li_{0,5}Fe_{2,5}O_4$	Fe^{3+}	$Li_{0,5}^{2+} + Fe_{1,5}^{3+}$	83.6	37	1.37	2	0.83	5.76	
$MnFe_2O_4$	$Fe_{0,2}^{3+} + Mn_{0,8}^{2+}$	$Mn_{0,2}^{2+} + Fe_{1,8}^{3+}$		41	1.41	2.04	0.85	5.88	7,35-5.95
$MgFe_2O_4$	Fe^{3+}	$Mg^{2+} + Fe^{3+}$		41	1.41	2	0.87	6.32	
$FeFe_2O_4$	Fe^{3+}	$Fe^{2+} + Fe^{3+}$	97.1	42	1.42	2.02	0.83	5.92	
$NiFe_2O_4$	Fe^{3+}	$Ni^{2+} + Fe^{3+}$	81.2	46	1.46	1.96	0.8	6.2	6.25

Анализируя зависимость микротвердости от составов (рис.5), можно видеть, что общая тенденция роста микротвердости при изменении состава $Mg_x Mn_{1-x} Fe_2 O_4$ от $x=0$ до $x=0,8$ сохраняется, т.е. коррелирует с расчетными данными табл. 2.

При анализе микротвердости и микропрочности пленок различного состава необходимо также учитывать некоторые характеристики, связанные с релаксацией термических и гетероэпитаксиальных напряжений пленок, и условия транспорта (табл. 3).

При химическом транспорте феррошпинелей на окись магния пленки имеют блочную структуру. Одной из существенных характеристик блочной структуры пленок феррошпинелей является разориентация блоков [19]. Разориентация блоков пленки выше, чем подложки, где $q \sim 0,5' \div 3'$, и увеличивается при изменении состава от $x=0,8$ до $x=0$, что приводит к росту линейной плотности дислокаций по границам блоков. Линейная плотность дислокаций была оценена согласно дислокационной модели малоугловой границы $n \sim \frac{q}{b}$, где b -вектор Бюргерса дислокаций [25]. Поверхностная плотность дислокаций, подсчитанная по ямкам травления, также увеличивается при переходе от марганцевого состава к магний-марганцевому, а концентрация химических примесей Fe^{2+} уменьшается [26].

Характеристики дефектности структуры пленок феррошпинелей различных составов

Химический состав	Остаточная упругая деформация e	Разориентация блоков q	Линейная плотность дислокаций по границе блоков $n_d, \text{см}^{-1}$	Поверхностная плотность дислокаций $n, \text{см}^{-2}$	Концентрация ионов Fe^{2+}
$MnFe_2O_4$	10^{-2}	$20'$	$9,8 \cdot 10^4$	10^6	10^{-3}
$Mg_{0,6}Mn_{0,4}Fe_2O_4$	10^{-3}	$11' - 14'$	$4,9 \cdot 10^4$	10^5	10^{-2}
$Mg_{0,8}Mn_{0,2}Fe_2O_4$	10^{-4}	$1' - 3'$	$5 \cdot 10^3$	10^4	10^{-1}

Критерием оценок пластических и хрупких свойств материалов является микрохрупкость и хрупкая прочность. Микрохрупкость вычисляется следующим образом: $\gamma = D^2/d^2$, где D - размер зоны хрупкой повреждаемости, включающий в себя различные нарушения сплошности испытуемого материала (трещины, сколы) в области отпечатка в мкм. Величина D определяется по максимальному размеру зоны хрупкой повреждаемости от центра отпечатка. Такая оценка является наиболее оправданной, поскольку трещина, как продолжение диагонали отпечатка, распространяется до тех пор, пока напряжение на конце трещины не станет равным (с точностью до некоторого постоянного коэффициента) пределу прочности испытуемого материала на отрыв. Критерий микрохрупкости γ характеризует отношение площади, охваченной хрупким разрушением в области отпечатка, к площади самого отпечатка. Так как факт образования остаточного отпечатка является проявлением пластических свойств испытуемого материала, а зона повреждаемости в области этого отпечатка исключительно хрупкого происхождения, критерий γ характеризует соотношение хрупких и пластических свойств испытуемого материала. Микропрочность определяется по формуле: $\sigma = 1000P/D^2$.

Этот критерий учитывает внешнее силовое воздействие на испытуемый материал и размер зоны хрупкой повреждаемости материала. Микропрочность - это напряжение, необходимое для образования единицы площади хрупкого разрушения испытуемого материала в области отпечатка.

Сравнительный анализ исследуемых образцов (рис.5-8) показывает, что для эпитаксиальных пленок феррошпинелей поведение поверхностного слоя при деформировании индентором отличается от поведения внутренних объемов материала. В области нагрузок (1,47-0,78 Н) при уменьшении диагонали отпечатка и толщины поверхностных слоев, в основном, наблюдается линейный рост микротвердости и микропрочности, что не противоречит результатам исследования объемных ферритов [23]. Причем нижняя граница нагрузок, где происходит изменение хода зависимости $H=f(h)$, $g=f(h)$, $S=f(h)$ существенно зависит от состава и среды охлаждения пленок. В области малых нагрузок (0,78 - 0,2Н), где верхняя граница также не является величиной постоянной, микротвердость и микропрочность уменьшаются, а микрохрупкость незначительно растет для пленок $Mg_{0,6}Mn_{0,4}Fe_2O_4$, $Mg_{0,8}Mn_{0,2}Fe_2O_4$ и резко увеличивается для пленок $MnFe_2O_4$. Максимумы на кривой микротвердости $H=f(h)$ и микропрочности $S=f(h)$ в зависимости от глубины внедрения индентора смещаются в область малых толщин поверхностных слоев по мере роста магния в составе.

Сравнивая экспериментальные данные микротвердости с величинами упругих модулей в феррошпинелях ($C_{44} \sim 81,2-93,6$ ГПа), можно видеть, что твердость в этих материалах составляет значительную долю упругих модулей $\sim 10\%$ и приближается к теоретической прочности на сдвиг. Это позволяет сделать вывод о затруднительном движении дислокаций в эпитаксиальных феррошпинелях.

Отсутствие дислокационной розетки в условиях микровдавливании при комнатной температуре является общей закономерностью для рассматриваемого материала, что также свидетельствует о малой подвижности дислокаций и низкой релаксационной способности феррошпинелей.

Следуя [27], можно предположить, что при микровдавливании эпитаксиальных феррошпинелей темп роста микротвердости на начальной стадии деформации будет определяться аномалиями пластического течения поверхностных слоев, т.е. темпом роста плотности дислокаций в поверхностных слоях. Тогда самый низкий темп роста микротвердости и соответственно плотности дислокаций должен наблюдаться для пленок $Mg_{0,8}Mn_{0,2}Fe_2O_4$, где по данным электрических измерений [26] содержится самая высокая концентрация доноров (10^{27} м^{-3}). По мере увеличения марганца в составе $Mg_xMn_{1-x}Fe_2O_4$ глубина залегания максимумов $H=f(h)$, $g=f(h)$, $S=f(h)$ от свободной поверхности увеличивается.

При импульсной обработке пленок в атмосфере воздуха (рис.8) наблюдается упрочнение поверхностного слоя. По данным работы [30] после лазерного отжига увеличивается проводимость, уменьшается энергия активации проводимости. Избирательное химическое травление выявляет изменение симметрии ямки травления в сторону ее снижения, что свидетельствует об увеличении точечных дефектов. Упрочнение поверхностных слоев в данном случае может быть обусловлено переходом ионов $Fe^{2+} \rightarrow Fe^{3+}$, $Mn^{2+} \rightarrow Mn^{3+}$ и образованием катионных вакансий.

Р и с. 5 Зависимость микротвердости (а), микрохрупкости (б), микропрочности (в) от глубины внедрения индентора для пленок толщиной 30 – 25 мкм состава:

- 1 - $Mg_{0,8}Mn_{0,2}Fe_2O_4$,
- 2 - $Mg_{0,6}Mn_{0,4}Fe_2O_4$,
- 3 - $Mn_{0,73}Fe_{2,27}O_4$,
- 4 - $MnFe_2O_4$

Р и с. 6 Зависимость микротвердости (а), микрохрупкости (б), микропрочности (в) от глубины внедрения индентора для пленок состава:

- $Mg_{0,6}Mn_{0,4}Fe_2O_4$ толщиной: 1 – 25 мкм,
- 2 – 20 мкм, 3 – 36 мкм, 4 – 20 мкм после вакуумного отжига

Р и с. 7 Зависимость микротвердости (а), микрохрупкости (б), микропрочности (в) от глубины внедрения индентора для пленок состава $Mn_{0,65}Fe_{2,35}O_4$, охлажденных в атмосфере азота толщиной 1–15 мкм, 2–25 мкм

Р и с. 8 Зависимость микротвердости (а), микрохрупкости (б), микропрочности (в) от глубины внедрения индентора для пленок состава $MnFe_2O_4$ толщиной 12 мкм: 1 – до отжига, 2 – после импульсного отжига в атмосфере воздуха

После вакуумного отжига максимумы $H=f(h)$, $g=f(h)$, $S=f(h)$ смещаются в область большей глубины внедрения индентора. Максимальное смещение $Dh \sim 66\%$ соответствует исходному составу с большим содержанием магния ($Mg_{0,8}Mn_{0,2}Fe_2O_4$). Однако наибольшая глубина за-

легания максимумов от свободной поверхности наблюдается для пленок состава $Mn_{0,65}Fe_{2,35}O_4$, охлажденных в азоте (рис.7). Эти объекты обладают прочностью 1-3 ГПа, соизмеримой с прочностью объемных материалов [23].

При анализе деформационной картины вокруг отпечатка для тех же пленок, кроме трещин, в углах отпечатка обнаруживается "квадрат" из полос, стороны которого идут вдоль направлений $\langle 110 \rangle$ (рис.9).

В работе [28] было показано, что в CsI полосы "квадрата" состоят из рядов дислокационных петель, появившихся в результате объединения точечных дефектов. Авторы связывают особенности деформации в CsI при микроиндентировании с краудинным механизмом пластической деформации [11,12].

При охлаждении пленок феррошпинелей в атмосфере азота, после вакуумного отжига, в последних возникает дефицит кислорода, т.е. избыток металла по сравнению с

Р и с. 9 Вид отпечатков пирамиды Виккерса и зоны хрупкой повреждаемости пленок состава $Mn_{0,65}Fe_{2,35}O_4$, охлажденных в атмосфере азота при нагрузке 0,98 Н, $\times 1400$

стехиометрией. Избыточный металл представляет собой катионы, внедренные в нормально незаполненные междоузлия и, в принципе, в пленках феррошпинелей с избыточным содержанием ионов Fe^{2+} возможен межузельный механизм пластической деформации.

Таким образом, характер зависимости микротвердости, микропрочности, микрохрупкости эпитаксиальных феррошпинелей существенно зависит от состава феррита, от типа и концентрации точечных дефектов. Разупрочнение поверхностного слоя определяется теми же параметрами. Глубина поверхностного слоя (1,2-2 мкм) растет с увеличением марганца в составе $Mn_x Fe_{3-x} O_4$. При охлаждении пленок в азоте или после вакуумного отжига глубина поверхностного разупрочненного слоя увеличивается до 3 мкм, после импульсного отжига в атмосфере воздуха уменьшается до 0,8 мкм. Отмеченные закономерности могут быть объяснены в предположении, что характер разупрочнения поверхностных слоев связан с изменением концентрации и типа точечных дефектов, что в свою очередь вызывает изменение состояния дислокаций и их окружения.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Пятыхин Л.И., Валько А.Г., Папиров И.И. Определение вязкости разрушения методом индентирования. // Обзор. М.: ЦНИИ Атоминформ., 1987. 25с.
2. Трифилов В.И. Роль типа межатомной связи при хрупком разрушении. // Физическая природа разрушения металлов. Киев: Наук. думка, 1965. С. 22-56.
3. Самсонов Г.Б. Исследование физико-химической природы металлоподобных и неметаллических тугоплавких соединений. // Методы испытания на микротвердость. М.: Наука. 1965. С. 59-71.
4. Глазов В.М., Вигдорович В.М. Микротвердость металлов и полупроводников. М.: Мир, 1971. 299с.
5. Поваренных А.С. Твердость минералов. Киев: АН УССР, 1963. 304с.
6. Григорович В.К. Физические основы микротвердости. // Новое в области испытаний на микротвердость. М.: Наука, 1974. С. 21-24.
7. Курило И.В., Алехин В.П. Физико-химические свойства приповерхностных слоев, выращенных методом ХТР. // Изв. АН СССР. Неорганические материалы. 1984. Т. 20. №2. С. 215-218.
8. Концевой Ю.А., Литвинов Ю.М., Фаттахов Э.А. Пластичность и прочность полупроводниковых материалов и структур. М.: Радио и связь, 1982. 239 с.
9. Никитенко В.И., Мышляев М.М., Еременко В.Г. О пластической деформации кремния в области хрупкого разрушения. // ФТТ. 1967. Т. 12. №9. С. 2604-2610.
10. Боярская Ю.С. Деформирование кристаллов при испытаниях на микротвердость. Кишинев: Шттинца, 1972. 235 с.
11. Индентом В.Л. Межузельный (краудсионный) механизм пластической деформации и разрушения. // Письма в ЖЭТФ. 1970. №12. С.526-528.
12. Рожанский В.Н., Назарова В.Н., Светлов И.Л., Калашикова Л.К. Дислокационная и краудсионная пластичность корунда при комнатной температуре. // Физика деформационного упрочнения кристаллов. Киев: Наук. думка, 1972. С. 246-260.
13. Алехин В.П., Терновский А.П. Структурные и кинетические особенности формоизменения при микровдавливании. // Новое в области испытаний на микротвердость. М.: Наука, 1974. С. 29-52.
14. Самсонов Г.В., Немнор В.С., Хренова Л.М. Твердость и хрупкость металлоподобных соединений. // ФММ. 1959. Т.8. №4. С. 622-630.
15. Злобин В.А., Андреев В.А., Звороно Ю.С. Ферритовые материалы. Л.: Энергия, 1970. 109с.
16. Митлина Л.А., Посыпайко Э.Д. Влияние состава на микротвердость монокристаллических пленок магний-марганцевого феррита. // Физика прочности, пластичности металлов и электродинамических явлений в ферритах. Сб. трудов. Куйбышев: КИПТИ, 1975. С. 104-111.
17. Митлина Л.А., Посыпайко Э.Д. Микрохрупкость монокристаллических пленок магний-марганцевого феррита. // Физика прочности, пластичности металлов и электродинамических явлений в ферритах: Сб. трудов. Куйбышев: КИПТИ, 1975. С. 111-115.
18. Митлина Л.А., Посыпайко Э.Д. Вязкость разрушения эпитаксиальных пленок феррошпинелей при микроиндентировании. // Физика и химия обработки материалов. 1991. №1. С. 99-104.
19. Митлина Л.А., Левин А.Е., Кривошеева Е.В., Великанова Ю.В., Виноградова М.Р. Влияние границ блоков на сопротивление деформации в эпитаксиальных феррошпинелях. // Вестник СамГТУ. Сер: Физ.-мат. науки. 2003. Вып. 19. С. 111-117.
20. Ван Флек Л. Теоретическое и прикладное материаловедение. М.: Атомиздат, 1975. 420 с.
21. Мотт Б.В. Испытание на твердость микровдавливанием. М.: Металлургиздат, 1960. 134 с.
22. Гортра З.Ю., Осенедко С.А., Бобицкий Л.В. Импульсный лазерный отжиг ионно-имплантированных полупроводниковых материалов. // Зарубежная электрон. техника. Введение. 1983. №6. С. 3-64.
23. Бердигов В.Ф., Пушкарёв О.И., Гавриченко В.В. Исследование анизотропии механических свойств монокристаллов ферритов методом микровдавливания. // Проблемы прочности. 1985. №7. С. 67-70.
24. Копачский Н.А., Курбатов Г.А. О связи микротвердости с оптическими свойствами некоторых неметаллических кристаллов. // Новое в области испытаний на микротвердость. Сб. научных трудов. М.: Наука, 1974. С. 209-211.

25. Хирт Дж., Лоте И. Теория дислокаций. М.: Атомиздат, 1972. 800 с.
26. Митлина Л.А., Харламов А.Д., Колосова И.В., Левин А.Е. Структурные дефекты и явления переноса в эпитаксиальных феррошпинелях. // Вестник СамГТУ. Сер: Физ.-мат. науки. 1998. Вып. 6. С. 47-54.
27. Алехин В.П. Физика прочности и пластичности поверхностных слоев материалов. М.: Наука, 1983. 280 с.
28. Рожанский В.Л., Сизова Л.Н., Урусовский А.А. Краудинная пластичность в GJ // ФТТ. 1971. Т.13. №2. С. 411-415.
29. Hanspeter HEEGN. Model describing the resistance. Against-structural changes and the Hardness of Crystalline Solids. // Cryst. Res. Technol. 1987. Vol. 22. № 9. P. 1193-1203.
30. Колосова И.В., Митлина Л.А., Паркин А.А., Харламов А.Д. Влияние пластической деформации и облучения на аномалии электропроводности пленок феррошпинелей в области температуры Кюри. // Электронная техника. Серия 6: Материалы, 1986. №4. С. 11-16.

Поступила 16.01.2004 г.