

Получение, структура, свойства

УДК 661.65:661.55

В. И. Куц, С. Н. Дуб (г. Киев)

Оценка упруго-пластических свойств материалов по данным наноиндентирования и компьютерного моделирования.

1. Состояние проблемы (литературный обзор)

Дан обзор и проведен критический анализ существующих методов и подходов к определению упруго-пластических свойств материалов по данным наноиндентирования. Сформулированы проблемы, остающиеся до настоящего времени открытыми, и указаны основные направления усилий по их решению. Они состоят в усовершенствовании методик наноиндентирования; привлечении других приборных средств для получения дополнительной информации, обеспечивающей, в сочетании с данными наноиндентирования, однозначную оценку механических свойств материала; дальнейшем развитии модельных представлений о контактном взаимодействии в системе индентор–образец и закономерностях деформирования материалов в нанобъемах и при высоких давлениях.

Ключевые слова: наноиндентирование, модуль упругости, предел текучести, метод конечных элементов.

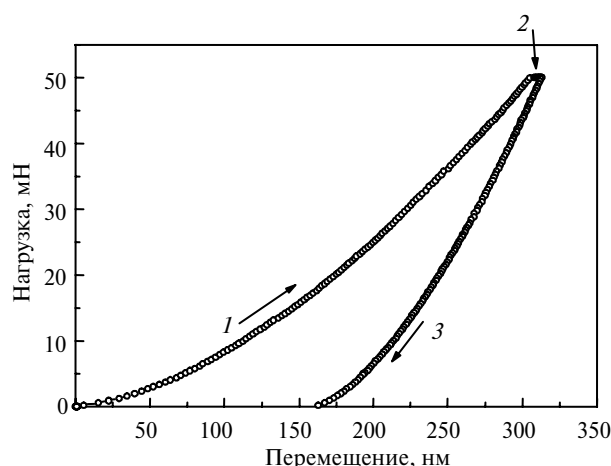
ВСТУПЛЕНИЕ

Успех в расширении сферы применимости метода наноиндентирования к исследованию механических свойств материалов напрямую связан не только с совершенствованием экспериментальной методики, но и, в значительной степени, с разработкой адекватных теоретических моделей для анализа получаемых опытных данных. Проведение вычислительного эксперимента параллельно натурному является, вероятно, наиболее надежным способом извлечения достоверной информации о свойствах испытываемого материала, содержащихся в записываемых прибором диаграммах внедрения индентора (рисунок). Подтверждением сказанному служит, в частности, программное обеспечение современных нанотвердомеров, составной частью которого являются коды численного анализа контактных задач.

К настоящему времени имеется значительный объем публикаций, посвященных моделированию процесса наноиндентирования. Как отмечается в [1],

© В. И. КУЦ, С. Н. ДУБ, 2012

эти исследования можно, с известной долей условности, разделить на работы по моделированию собственно процесса индентирования (механика контактного взаимодействия) и посвященные описанию поведения материала под индентором или в аналогичных условиях (механика материалов как составная часть материаловедения). В свою очередь, каждое из этих направлений может быть структурировано в зависимости от типа моделей и методов их анализа, исследуемых свойств и т. д. Не претендуя на исчерпывающий характер обзора, сформулируем основные направления работ и проблемы, остающиеся открытыми при оценке упруго-пластических свойств материала по данным наноиндентирования.



Типичная диаграмма нагружения пирамидального индентора Берковича для малопластичного материала (поликристаллического диборида титана): участки роста нагрузки на индентор (1), выдержки индентора под максимальной нагрузкой (2), разгрузки индентора (3).

АНАЛИТИЧЕСКИЕ РЕШЕНИЯ КОНТАКТНЫХ ЗАДАЧ

Пальма первенства здесь принадлежит Генриху Герцу, решившему задачу о нормальном упругом контакте двух параболоидов [2]. Это решение позволяет исследовать в приближении малых деформаций упругий контакт сферы с полупространством и дает простое соотношение между общей нагрузкой P , прогибом поверхности h , радиусом сферы R и упругими модулями контактирующих тел:

$$P = \frac{4}{3} R^{1/2} E^* h^{3/2}, \quad (1)$$

где $\frac{1}{E^*} = \frac{1-\nu_{и}^2}{E_{и}} + \frac{1-\nu_{м}^2}{E_{м}}$; E^* — приведенный модуль упругости; $E_{и}$, $\nu_{и}$, $E_{м}$, $\nu_{м}$ — модули упругости и коэффициенты Пуассона индентора и материала соответственно.

Впрочем, справедливости ради следует отметить, что полное решение задачи Герца (напряжения в объеме контактирующих тел) получено лишь сравнительно недавно [3]. Среди других аналитических результатов отметим решение Снеддона [4] для конического индентора, а также часто приписываемое Снеддону решение Галина [5] для индентора “мономиальной” формы $z = Br^d$. Хотя в этих работах решение получено в предположении жесткого

индентора, многие авторы распространяют его на случай контакта упругих тел с использованием концепции эффективного модуля упругости по аналогии с формулой (1). Так, наиболее распространенная методика Оливера и Фарра [6] оценки модуля Юнга по зависимости $P(h)$ основана на указанном выше аналитическом решении.

Что характерно, через 120 лет после пионерской публикации Герца работы в данном направлении продолжают. Так, в [7] получено решение для упругих контактирующих поверхностей, описываемых полиномами до шестого порядка; задача для полупространства и жесткого индентора, форма которого задана степенным рядом, рассмотрена в [8]. Следует отметить также прикладные аспекты работ [9–11], где рассмотрены случаи контакта с трением, а также выведен ряд фундаментальных соотношений между глубиной внедрения индентора, размером пятна контакта, нагрузкой и твердостью, справедливых как для упругих, так и неупругих изотропных и анизотропных материалов.

Как известно, нелинейное поведение материалов с трудом поддается аналитическому описанию, поэтому не удивительно, что большинство аналитических работ предполагает линейно-упругое поведение контактируемых материалов, тогда как необратимому пластическому деформированию образцов с образованием отпечатка посвящены лишь отдельные публикации. Так, деформация идеально-пластического материала острым конусом является самоподобной в том смысле, что напряженное состояние образца не зависит от величины нагрузки, тогда как линейные величины (зона контакта, перемещения) пропорциональны глубине внедрения. Это упрощает задачу и позволяет использовать для ее анализа известный в теории пластичности метод линий скольжения [12]. В то же время пластическая зона, порожденная затупленным индентором, обжата окружающим материалом и пластическое вытекание возможно лишь в случае, когда радиальное расширение пластической зоны достаточно велико. Предполагается, что вытеснение материала из-под индентора есть результат работы упругих деформаций в материале образца. Такой деформационный механизм описывается моделью расширяющейся полости, предложенной в [2, 13] и позволяющей получить приближенную оценку зоны пластичности и твердости H по заданному пределу текучести σ_T . В частности, такая модель позволяет теоретически обосновать известную формулу Тейбора [14] для металлов $H = C\sigma_T$ с множителем $C = 2,8$ для уровня пластической деформации равного 8 %.

Среди публикаций последних лет, посвященных обобщению модели сферической полости, следует отметить работы [15] и [16], где предпринята попытка аппроксимации с помощью двух подгоночных коэффициентов конечно-элементного решения аналитическими выражениями. С этой целью напряжения вне пластической зоны представлены в виде суперпозиции решения Герца и поля напряжений от “внедренного центра дилатации”, погруженного на некоторую глубину в полупространство. Такая модель позволяет получить разумную оценку напряжений в идеально-пластическом материале как при активном нагружении, так и остаточных напряжений возле отпечатка после разгрузки. Вместе с тем демонстрируемое авторами согласие численного и аналитического решений имеет место лишь для весьма узкого и специфического класса задач, весьма далеких от реальных процессов наноиндентирования.

Несомненно, достоинство упомянутых и аналогичных им работ состоит в простоте и удобстве использования полученных аналитических соотношений

между параметрами контактной задачи. Следует, однако, иметь в виду, что решения Герца, Снеддона, Галина и аналогичные им получены в предположении бесконечно малых деформаций. При этом контактные граничные условия предполагают отсутствие трения (что не всегда справедливо) и записываются, как принято в линейной теории упругости, для исходной, т. е. невозмущенной поверхности. Второе принимаемое без доказательства допущение касается концепции приведенного модуля Юнга. Как указывается в [1] и будет показано ниже, упомянутые аналитические решения достаточно далеки от реального процесса индентирования и попытки их непосредственного применения чреваты значительными погрешностями. Ограниченная применимость аналитического подхода явилась стимулом к развитию и применению численных методик, обладающих большей гибкостью в смысле учета геометрической и физической нелинейности процесса наноиндентирования.

Еще одно часто используемое упрощающее предположение состоит в существовании эквивалентной формы реального пирамидального индентора в виде тела вращения, для которого возможно получение аналитического описания процесса внедрения. Хотя к настоящему времени здесь не существует окончательных аргументов *pro* или *contra*, практика моделирования свидетельствует скорее в пользу такой идеализации, широко используемой как в аналитическом, так и численном анализе для уменьшения количества параметров задачи и сокращения объема вычислений.

ЧИСЛЕННЫЙ АНАЛИЗ ПРОЦЕССА ИНДЕНТИРОВАНИЯ

Применение метода конечных элементов для анализа модельных краевых задач механики контактного взаимодействия обеспечивает учет нелинейности процесса индентирования и позволяет достичь значительно лучшего согласия натурного и вычислительного экспериментов при условии, что заложенные в модель геометрия индентора, условия контакта и свойства (закон поведения) материала соответствуют реальности. Сравнение экспериментальных данных и результатов вычислений составляет основу для решения обратной задачи – определения свойств испытываемого материала по диаграмме индентирования.

Во многих работах по данной проблеме предпринимается попытка путем массивного вычислительного эксперимента установить некоторые фундаментальные соотношения между параметрами процесса индентирования в виде простых формул, аналогичных методике [6], позволяющих определять не только твердость и модуль упругости, но и нелинейные свойства (например, предел текучести, деформационную кривую) материала. Характерным примером является работа [17], где предложены численно-эмпирические соотношения между твердостью, упругим модулем, работой общей и пластической деформации (последние легко вычисляются интегрированием кривых нагрузки и разгрузки). Впрочем, как показано в работах последних лет, такой подход не является решением проблемы, поскольку большое количество параметров исключает возможность получения универсальных формул “на все случаи жизни”.

Упругость

Сказанное хорошо видно уже на примере определения, казалось бы, наиболее доступного параметра – модуля Юнга, значительная погрешность измерения которого по стандартной методике Оливера-Фарра обусловлена неточностью нахождения начального угла наклона кривой разгрузки и глубины

контакта, а также неучетом реальной формы (затупления вершины) индентора [18–20]. Предложенная в [21] формула, содержащая в качестве дополнительного параметра отношение объемов затупленного (реального) и острого (идеального) инденторов Берковича, частично устраняет указанные недостатки, однако, как и все цитируемые выше работы, использует для анализа всю историю упруго-пластического деформирования (нагрузка–разгрузка). В частности, показано, что методики [6] и [17] дают завышенные значения приведенного модуля упругости при отношении работы упругой деформации к общей работе $W_{уп}/W_{об} < 0,25$. Путем введения различных корректирующих коэффициентов погрешность удастся снизить до $\pm 16\%$. В методе [21] коррекция не используется, при этом погрешность определения модуля Юнга составляет $\pm 13\%$. Как строго доказано в [22], существенная погрешность рассмотренных подходов неизбежна и вносится неопределенностью пластического поведения материала и другими факторами (ползучесть, погрешности измерения, несовершенство образца и т. п.).

Таким образом, представляется вполне очевидным, что наиболее достоверные данные об упругих свойствах могут быть получены из опытов по упругому внедрению индентора при сверхмалых нагрузках. Эти эксперименты требуют тщательной подготовки образца, точного знания геометрии вершины индентора и адекватной математической модели для оценки искомого параметра. Такой подход реализован в [23], где предложена методика определения локального модуля упругости путем сравнения данных наноиндентирования с результатами численного анализа контактного взаимодействия в системе индентор–образец. В атомно-силовом микроскопе получено изображение отпечатка индентора Берковича и определены геометрические параметры эквивалентного индентора в виде тела вращения, необходимые для адекватной постановки модельной контактной задачи. Модуль Юнга определяется из условия наилучшего соответствия экспериментальной и расчетной диаграмм внедрения. Приведенные в [23] данные показывают, что учет реальной формы вершины индентора Берковича обеспечивает более высокую, в сравнении с известными методами, точность определения модуля упругости.

Пластичность

Попытка расширить пределы применимости метода наноиндентирования на другие, отличные от модуля Юнга и твердости, механические свойства материала связана со значительными сложностями. Дело в том, что инвариантность вида напряженного состояния по отношению к глубине отпечатка для острого конического или пирамидального индентора, обеспечивающая постоянство твердости как отношения нагрузки к площади отпечатка и облегчающая аналитический анализ соответствующей модельной задачи, оборачивается серьезным недостатком, когда речь идет об определении предела текучести упруго-пластического материала. Действительно, оказывается, что все точки кривой нагрузка–перемещение индентора, за исключением первых 100 нм, где сказывается затупление индентора, соответствуют одному и тому же уровню деформаций материала под индентором, что делает в принципе невозможным прямое определение зависимости предела текучести σ_T от пластической деформации $\epsilon_{пл}$. К тому же, как легко доказать численным экспериментом, материалы с различными упругопластическими свойствами вполне могут обладать идентичными диаграммами внедрения [24–26]. В этом смысле диаграмма упруго-пластического внедрения сферического индентора, для которого вид напряженного состояния зависит от глубины, оказывается

более информативной, что возродило в последнее время интерес к такого рода исследованиям [27–32].

Указанные выше обстоятельства являются мотивацией к поиску некоторых дополнительных параметров, позволяющих идентифицировать характеристики материала по отдельности. Что характерно, этот поиск идет исключительно “внутри” самой методики и, в частности, в рамках получаемой наоиндентированием зависимости нагрузка–перемещение. Первое, что лежит на поверхности – это параметры, выражаемые через выполненную индентором работу упругой, пластической и общей $W_{об} = W_{уп} + W_{пл}$ деформации и легко вычисляемую путем интегрирования кривых активного нагружения ($W_{об}$) и разгрузки ($W_{уп}$).

Следует, однако, давать себе отчет в том, что, во-первых, процедура интегрирования не дает никакой новой информации, кроме уже содержащейся в диаграмме внедрения. Во-вторых, твердость (понимаемая как среднеконтактное давление для полностью развитого пластического течения) по своей природе уже есть определенная функция пластических свойств материала, поэтому поиск другой, отличной от нее, зависимости есть занятие столь же увлекательное, сколь и бесполезное. В частности, как отмечено в [24], наблюдаемая многими авторами [33–35] зависимость твердости от отношения $W_{уп}/W_{пл}$ есть не что иное, как следствие уже введенного ранее в рамках методики Оливера и Фарра [6] (и решения Галина-Снеддона) соотношения между упругой жесткостью при разгрузке и модулем Юнга. Это, в свою очередь, ставит под сомнение обоснованность метода, предложенного в [17, 36] и представляющего собой альтернативный методике Оливера и Фарра подход к вычислению твердости и модуля упругости по данным наоиндентирования.

Другой очевидный способ определения предела текучести σ_T состоит в развитии подхода Тейбора-Джонсона [2, 14], согласно которому твердость $H = C\sigma_T(\epsilon_R)$, где ϵ_R – так называемая “представительная деформация” (representative strain). Цель ее введения состоит в попытке разработать процедуру определения механических свойств по данным индентирования, не прибегая к оценке площади проекции отпечатка, являющейся источником существенной погрешности. Впрочем, как абсолютное значение, так и физический смысл, вкладываемый разными авторами в понятие “представительная деформация”, весьма различен. Так, в [37] утверждается, что оптимальным для индентора Берковича является значение $\epsilon_R = 0,1$. Другие авторы, следуя подходу [38], в качестве представительной деформации используют значение $\epsilon_R = \epsilon - \sigma_T/E$ (ϵ – одноосная деформация), равное 0,033 для индентора Берковича.

Более физически содержательное определение ϵ_R дано в [39], где под представительной деформацией понимается радиальная пластическая деформация ϵ_R и разработан алгоритм оценки параметров деформационной кривой упруго-пластического материала в предположении, что она может быть приближена степенным законом

$$\begin{aligned} \sigma &= E\epsilon, \quad \epsilon < \sigma_T / E; \\ \sigma &= R\epsilon^n, \quad \epsilon \geq \sigma_T / E, \end{aligned} \quad (2)$$

где n – показатель степени упрочнения; $R = \sigma_T(E/\sigma_T)^n$; для большинства металлов значение n изменяется от 0,1 до 0,5. Алгоритм основан на предположении, что величина

$$C = P/h^2 = \sigma_T \Psi(\sigma_T / E, n) \quad (3)$$

не зависит от величины перемещения h . Использование свойства самоподобия безразмерной функции Ψ позволяет путем введения некоей представительной деформации [38] исключить n из параметров этой функции. Другими словами, для заданного эффективного угла индентора существует такое фиксированное значение ϵ_R и соответствующее ему представительное напряжение $\sigma_R\langle\epsilon_R\rangle$ (зависящее от n), что безразмерная функция

$$\frac{C}{\sigma_R\langle\epsilon_R\rangle} = \Xi\left(\frac{\bar{E}}{\sigma_R\langle\epsilon_R\rangle}\right) \quad (4)$$

зависит только от $\bar{E}/\sigma_R\langle\epsilon_R\rangle$, где $\bar{E} = E/(1-\nu^2)$. Как вид этой функции, так и значение ϵ_R может быть найдено путем вычислительных экспериментов и, в предположении что модуль Юнга известен с достаточной точностью, по определенному из эксперимента значению C однозначно вычисляется $\sigma_R\langle\epsilon_R\rangle$.

Эта информация недостаточна для одновременного определения предела текучести и параметра упрочнения n . Поэтому в общем случае необходимо иметь независимо полученную информацию (например, диаграмму внедрения индентора с другим углом заточки) о пластическом поведении материала. Различные способы определения пластических свойств с использованием системы инденторов рассмотрены в [39–46]. Впрочем, такой подход трудно реализовать при наноиндентировании, когда речь идет об исследовании механического поведения материала на наноуровне. Альтернативный алгоритм, предложенный в [47], предназначен для определения пластических свойств материала с кривой деформирования в виде степенного закона по одному опыту. Как утверждают авторы, разработанная методика позволяет корректно идентифицировать различные материалы с одинаковой диаграммой внедрения, однако ее эффективность показана лишь для модельных данных. Очевидно, что такой подход весьма чувствителен к точности задания модуля упругости (который, напомним, предполагается известным).

Сравнительный анализ применимости и точности деформационного [38], силового [39] и энергетического [41] подходов проведен в [48]. До настоящего времени вопрос корректного определения представительной деформации (и корректности такого подхода в целом) остается открытым. К тому же все изложенное выше справедливо лишь в предположении отсутствия размерного (масштабного) эффекта. При наноиндентировании этот эффект не только присутствует, но и является ведущим фактором. Так, твердость монокристаллической меди уменьшается на порядок при увеличении глубины отпечатка от 100 нм до 3 мм. Этот факт еще более усложняет как экспериментальное определение, так и теоретическое описание механического поведения материала на наноуровне.

Обсуждению физических механизмов этого явления посвящена обширная, заслуживающая отдельного обзора литература, здесь же мы лишь отметим кратко результаты по его моделированию. Так, в [49] дано обобщение модели “расширяющейся полости” Джонсона на случай материала со свойствами, зависящими от градиента деформаций (т. е. масштабного фактора); по существу аналогичный упрощенный подход к анализу размерного эффекта при индентировании предложен в [50]. Более точный численный анализ, основывающийся на так называемой деформационно-градиентной (strain gradient) теории пластичности, содержится в [51–56].

ВЫВОДЫ

Помимо частных выводов, уже сделанных в ходе обзора, следует указать на наиболее принципиальный момент. Он состоит в том, что однозначное определение всей гаммы механических свойств из стандартной кривой нагрузка–перемещение индентора невозможно, поскольку материалы с различными наборами свойств могут давать идентичные кривые. Этот вывод, подтвержденный уже многими авторами (например, [24–26]), указывает на необходимость:

– усовершенствования самих методик наноиндентирования путем изменения режимов нагружения, диапазона нагрузок и т. д.;

– привлечения других приборных средств, в частности, атомно-силовой микроскопии для получения дополнительной информации, позволяющей, в сочетании с данными наноиндентирования, однозначно оценивать механические свойства испытываемого материала;

– дальнейшего развития модельных представлений как о контактном взаимодействии в системе индентор–образец, так и о закономерностях деформирования материалов в нанобъемах и при высоких давлениях.

Виконано огляд та проведено критичний аналіз існуючих методів та підходів до визначення пружно-пластичних властивостей матеріалів за даними наноіндентування. Сформульовано проблеми, які лишаються на даний час відкритими, та вказано основні напрями зусиль з їх вирішення. Вони складаються з вдосконалення методик наноіндентування; застосування інших приладових засобів для отримання додаткової інформації, яка забезпечує, в поєднанні з даними наноіндентування, однозначну оцінку механічних властивостей матеріалу; подальшого розвитку модельних уявлень про контактну взаємодію в системі індентор–зразок та закономірностях деформування матеріалів в наноб'ємах та при високих тисках.

Ключові слова: наноіндентування, модуль пружності, метод скінчених елементів.

The review and critical analysis have been done of the existing methods and approaches to the determination of elasto–plastic properties of materials from nanoindentation. The problems, which still remain open, have been formulated and main directions of the effort to solve them have been indicated. They have been shown to consist in improving nanoindentation procedures; using other means to obtain an additional information, which in combination with the nanoindentation data, will provide the unambiguous assessment of the material mechanical properties; further developing model notions of the contact interaction in the indenter–sample system and regularities of the material strain in nanovolumes and at high pressures.

Keywords: nanoindentation, elastic modulus, yield strength, finite element method (FEM).

1. Larsson P. L. Modelling of sharp indentation experiments: some fundamental issues // Phil. Mag. – 2006. – **86**. – P. 5155–5177.
2. Джонсон К. Механика контактного взаимодействия. – М.: Мир, 1989. – 510 с.
3. Hanson M. T. The elastic field for an upright or tilted sliding circular flat punch on a transversely isotropic half space // Int. J. Solids Struct. – 1994. – **31**. – P. 567–586.
4. Sneddon I. N. The relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile // Int. J. Eng. Sci. – 1965. – **3**. – P. 47–56.
5. Galin L. A. Spatial contact problems of the theory of elasticity for punches of circular shape in planar projection // J. Appl. Math. Mech. – 1946. – **10**. – P. 425–448.
6. Oliver W. C., Pharr G. M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments // J. Mater. Res. – 1992. – **6**. – P. 1564–1583.
7. Schwarzer N. The extended Hertzian theory and its uses in analyzing indentation experiments // Phil. Mag. – 2006. – **86**. – P. 5179–5197.

8. *Korsunsky A. M.* The influence of punch blunting on the elastic indentation response // *J. Strain Anal. Eng. Design.* – 2001. – **36**. – P. 391–400.
9. *Galanov B. A.* Approximate solution to some problems of elastic contact of two bodies // *Mech. Solids.* – 1981. – **16**. – P. 61–67.
10. *Borodich F. M.* Similarity in the problem of contact between elastic bodies // *J. Appl. Math. Mech.* – 1983. – **47**. – P. 440–442.
11. *Borodich F. M., Keer L. M., Korach C. S.* Analytical study of fundamental nanoindentation test relations for indenters of non-ideal shapes // *Nanotechnology.* – 2003. – **14**. – P. 803–808.
12. *Hill R.* *The Mathematical Theory of Plasticity.* – Oxford: Clarendon Press, 1950. – 407 p.
13. *Marsh D. M.* Plastic flow in glass // *Proc. R. Soc. Lond. A.* – 1964. – **279**. – P. 420–435.
14. *Tabor D.* *Hardness of Metals.* – Oxford: Oxford University Press, 1951. – 175 p.
15. *Felder E.* Analytical correlation of indentation experiments // *Phil. Mag.* – 2006. – **86**. – P. 5239–5250.
16. *Feng G., Qu S., Huang Y., Nix W. D.* An analytical expression for the stress field around an elastoplastic indentation/contact // *Acta Mater.* – 2007. – **55**. – P. 2929–2938.
17. *Cheng Y-T., Cheng C-M.* Relationship between hardness, elastic modulus and the work of indentation // *Appl. Phys. Lett.* – 1998. – **73**. – P. 614–616.
18. *Ma D., Ong C. W., Wong S. F.* New relationship between Young's modulus and nonideally sharp indentation parameters // *J. Mater. Res.* – 2004. – **19**. – P. 2144–2151.
19. *Kim J.-Y., Lee B.-W., Read D. T., Kwon D.* Influence of tip bluntness on the size-dependent nanoindentation hardness // *Scripta Mater.* – 2005. – **52**. – P. 353–358.
20. *Qu S., Huang Y., Nix W. D. et al.* Indenter tip radius effect on the Nix-Gao relation in micro- and nanoindentation hardness experiments // *J. Mater. Res.* – 2004. – **19**. – P. 3423–3434.
21. *Ma D., Ong C. W., Wong S. F., He J.* New method for determining Young's modulus by non-ideally sharp indentation // *Ibid.* – 2005. – **20**. – P. 1498–1506.
22. *Cao Y. P., Qian X. Q., Lu J.* On the determination of reduced Young's modulus and hardness of elastoplastic materials using a single sharp indenter // *Ibid.* – 2006. – **21**. – P. 215–224.
23. *Кущ В. И., Дуб С. Н., Лутвин П. М.* Определение модуля Юнга по упругому участку диаграммы внедрения индентора Берковича // *Сверхтв. материалы.* – 2007. – № 4. – С. 40–48.
24. *Alkorta J., Martínez-Esnaola J. M., Gil Sevillano J.* Absence of one-to-one correspondence between elastoplastic properties and sharp-indentation load-penetration data // *J. Mater. Res.* – 2005. – **20**. – P. 432–437.
25. *Cheng Y-T., Cheng C-M.* Can stress-strain relationships be obtained from indentation curves using conical or pyramidal indenters // *Ibid.* – 1999. – **14**. – P. 3493–3496.
26. *Tho K.K., Swaddiwudhipong S., Liu Z.S., Zeng K., Hua J.* Uniqueness of reverse analysis from conical indentation tests // *Ibid.* – 2004. – **19**. – P. 2498–2502.
27. *Field J. S., Swain M. V.* Determining the mechanical properties of small volumes of material from submicrometer spherical indentations. // *Ibid.* – 1995. – **10**. – P. 101–112.
28. *Fujisawa N., Li W., Swain M. V.* Observation and numerical simulation of an elastic-plastic solid loaded by a spherical indenter // *Ibid.* – 2004. – **19**. – P. 3474–3483.
29. *Mesarovic S. D., Fleck N. A.* Spherical indentation of elastic-plastic solids // *Proc. R. Soc. Lond. A.* – 1999. – **455**. – P. 2707–2728.
30. *Kogut L., Komvopoulos K.* Analysis of the spherical indentation cycle for elastic-perfectly plastic solids // *J. Mater. Res.* – 2004. – **19**. – P. 3641–3653.
31. *Zhao M., Ogasawara N., Chiba N., Chen X.* A new approach to measure the elastic-plastic properties of bulk materials using spherical indentation // *Acta Mater.* – 2006. – **54**. – P. 23–32.
32. *Herbert E. G., Oliver W. C., Pharr G. M.* On the measurement of yield strength by spherical indentation // *Phil. Mag.* – 2006. – **86**. – P. 5521–5539.
33. *Stillwell N. A., Tabor D.* Elastic recovery of conical indentations // *Proc. Phys. Soc.* – 1961. – **78**. – P. 169–179.
34. *Marx V., Balke H.* A critical investigation of the unloading behavior of sharp indentation // *Acta Mater.* – 1997. – **45**. – P. 3791–3800.
35. *Cheng Y.-T., Li Z.* Scaling relationships for indentation measurements // *Phil. Mag. A.* – 2002. – **82**. – P. 1821–1829.
36. *Cheng Y.-T., Cheng C-M.* Scaling, dimensional analysis, and indentation measurements // *Mater. Sci. Eng. R.* – 2004. – **44**. – P. 91–149.

37. Backes B., Durst K., Goeken M. Determination of plastic properties of polycrystalline metallic materials by nanoindentation: experiments and finite element simulations // *Phil. Mag.* – 2006. – **86**. – P. 5541–5551.
38. Dao M., Chollacoop N., Van Vliet K. J. et al. Computational modeling of the forward and reverse problems in instrumented sharp indentation // *Acta Mater.* – 2001. – **49**. – P. 3899–3909.
39. Ogasawara N., Chiba N., Chen X. Representative strain of indentation analysis // *J. Mater. Res.* – 2005. – **20**. – P. 2225–2234.
40. Milman Yu. V., Lotsko D. V., Dub S. N. et al. Mechanical properties of quasicrystalline Al-Cu-Fe coatings with submicron-sized grains // *Surf. Coat. Technol.* – 2007. – **201**, N 12. – P. 5937–5943.
41. Cao Y. P., Qian X. Q., Lu J., Yao Z. H. An energy-based method to extract plastic properties of metal materials from conical indentation tests // *J. Mater. Res.* – 2005. – **20**. – P. 1194–1206.
42. Bucaille J. L., Stauss S., Felder E., Michler J. Determination of plastic properties of metals by instrumented indentation using different sharp indenters // *Acta Mater.* – 2003. – **51**. – P. 1663–1678.
43. Chollacoop N., Dao M., Suresh S. Depth-sensing instrumented indentation with dual sharp indenters // *Ibid.* – 2003. – **51**. – P. 3713–3729.
44. Ogasawara N., Makiguchi W., Chiba N. // *Trans. Jpn. Soc. Mech. Eng.* – 2004. – **70**. – P. 1529–1534.
45. Swaddiwudhipong S., Tho K. K., Liu Z. S., Zeng K. Material characterization based on dual indenters // *Int. J. Solids Struct.* – 2005. – **42**. – P. 69–83.
46. Wang L., Ganor M., Rokhlin S.I. Inverse scaling functions in nanoindentation with sharp indenters: Determination of material properties // *J. Mater. Res.* – 2005. – **20**. – P. 987–1001.
47. Ogasawara N., Chiba N., Chen X. Measuring the plastic properties of bulk materials by single indentation test // *Scripta Mater.* – 2006. – **54**. – P. 65–70.
48. Cao Y., Huber N. Further investigation on the definition of the representative strain in conical indentation // *J. Mater. Res.* – 2006. – **21**. – P. 1810–1821.
49. Gao X.-L. New expanding cavity model for indentation hardness including strain-hardening and indentation size effects // *Ibid.* – 2006. – **21**. – P. 1317–1326.
50. Lee H., Ko S., Han J. et al. Novel analysis for nanoindentation size effect using strain gradient plasticity // *Scripta Mater.* – 2005. – **53**. – P. 1135–1139.
51. Begley M., Hutchinson J. W. The mechanics of size-dependent indentation // *J. Mech. Phys. Solids.* – 1998. – **46**. – P. 2049–2068.
52. Huang Y., Xue Z., Gao H. et al. A study of microindentation hardness tests by mechanism-based strain gradient plasticity // *J. Mater. Res.* – 2000. – **15**. – P. 1786–1796.
53. Huang Y., Chen J. Identification of the intrinsic material length in gradient plasticity theory from micro-indentation tests // *Int. J. Solids Struct.* – 2001. – **38**. – P. 8171–8187.
54. Qiu X., Huang Y., Wei Y. et al. The flow theory of mechanism-based strain gradient plasticity // *Mech. Mater.* – 2003. – **35**. – P. 245–258.
55. Chen S. H., Tao C. J., Wang T. C. A study of size-dependent microindentation // *Acta Mech.* – 2004. – **167**. – P. 57–71.
56. Tho K. K., Swaddiwudhipong S., Hua J., Liu Z. S. Numerical simulation of indentation with size effect // *Mater. Sci. Eng. A.* – 2006. – **421**. – P. 268–275.

Ин-т сверхтвердых материалов
им. В. Н. Бакуля НАН Украины

Поступила 18.01.12