

- [1] Иванов В.Ю., Пустоваров В.А., Горбунов С.В., Кружалов А.В. ФТТ **36**, 9, 2634 (1994).
- [2] Gorbunov S.V., Kudyakov S.V., Shulgin B.V., Yakovlev V. Yu. Abstracts of VII Europhys. Conf. on Defects in Insulating Materials EURODIM'94. Lyon (1994). P. 79.
- [3] Горбунов С.В., Яковлев В.Ю., Иванов В.Ю., Кружалов А.В. ФТТ **32**, 10, 2942 (1990).
- [4] Маслов В.А., Рылов Г.М., Мазуренко В.Г. и др. Расширенные тез. VI Междунар. конф. по росту кристаллов. М. (1980). Т. 3. С. 268.
- [5] Гриценко Б.П., Яковлев В.Ю., Лях Г.Д., Сафонов Ю.Н. Тез. Всесоюз. конф. по метрологии быстропротекающих процессов. М. (1978). С. 61.
- [6] Кузнецов А.И., Намозов Б.Р., Мюрк В.В. ФТТ **27**, 10, 3030 (1985).
- [7] Eshita T., Tanimura K., Itoh N., Nishimura H. J. Phys. Soc. Jpn. **54**, 11, 4418 (1985).
- [8] Ohata T., Hayashi T., Koshino S. J. Phys. Soc. Jpn. **56**, 11, 4194 (1987).
- [9] Горбунов С.В., Кудяков С.В., Яковлев В.Ю., Кружалов А.В. ФТТ **38**, 1, 000 (1996).

Физика твердого тела, том 38, № 4, 1996
Solid State Physics, vol. 38, N 4, 1996

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭФФЕКТИВНОГО МОДУЛЯ ЮНГА В МИКРООБЪЕМЕ МЕТОДОМ ДИНАМИЧЕСКОГО ИНДЕНТИРОВАНИЯ

© Ю.И.Головин, А.И.Тюрин

Тамбовский государственный университет,
 392000 Тамбов, Россия
 (Поступило в Редакцию 24 февраля 1995 г.
 В окончательной редакции 11 октября 1995 г.)

В [1] предложено для определения жесткости контактной области при индентировании и эффективного модуля Юнга в микрообъеме в дополнение к постоянно действующей силе прикладывать к индентору небольшую осциллирующую нагрузку и по отклику системы индентор—образец (по зависимости амплитуды колебаний и фазового угла между силой и перемещением от частоты возбуждения) судить о механических свойствах материала в зоне контакта. Для реализации этого способа необходима весьма сложная аппаратура. Однако при достаточно высокой добротности упомянутой системы можно возбудить ее собственные колебания более простым способом — скачкообразным приложением нагрузки к индентору, предварительно аккуратно подведенному к поверхности образца до касания. Быстрое нагружение с непрерывной записью перемещения индентора во времени h (временное разрешение — 0.3 ns, пространственное — 50 nm) осуществлялось весом грузов, передаваемым через подвижный штوك алмазной пирамиде Виккерса, при выключении или скачкообразном уменьшении тока в электромагните, который компенсировал силу тяжести в исходном положении. Измерения показывают, что нагрузка на индентор в этом случае достигала веса подвижных частей через 1-2 ns после переключения тока в электромагните (длительность фронта импульса нагрузки определялась главным образом массой груза и соотношением жесткостей штока и зоны контакта).

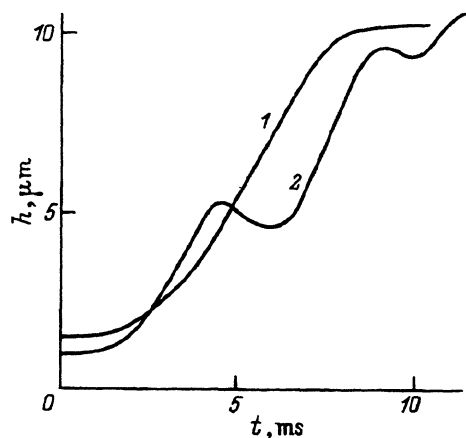


Рис. 1. Кинетика погружения индентора в LiF при $T = 293$ (1) и 77 К (2).

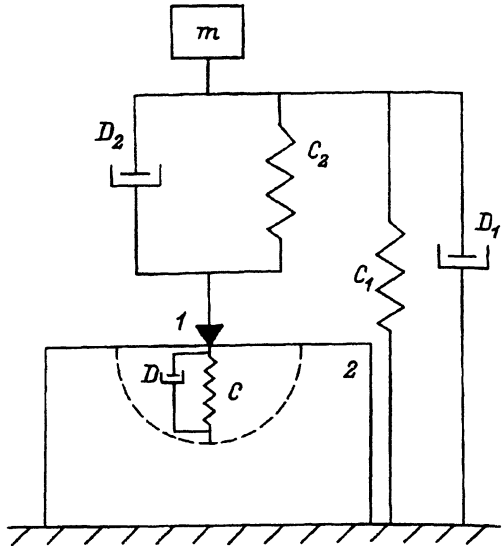


Рис. 2. Расчетная модель осциллирующей системы. 1 — индентор, 2 — образец, m — масса груза, C и D , C_1 и D_1 , C_2 и D_2 — жесткости и коэффициенты затухания зоны индентирования, подвески и штока соответственно.

В жестких кристаллах (MgO, Si) осцилляции при погружении возникали и при комнатной температуре, а в более мягких при охлаждении до $T \leq 200$ К (LiF) и до $T \leq 100$ К (NaCl и KCl) (рис. 1). Очевидно, амплитуда, частота и декремент затухания колебаний и содержат информацию о механических свойствах материала в контактной области.

Динамическая модель осциллирующей системы (рис. 2) учитывает массу подвижных частей нагружающего устройства m , жесткость пружин их подвески C_1 , жесткость штока C_2 , жесткость образца в контактной области C и демпфирующие свойства этих упругих элементов соответствующими коэффициентами затухания D_1 , D_2 и D . Наиболее сложным и одновременно существенным параметром здесь является $C = kE_r A^{1/2}$, где k — коэффициент пропорциональности, зависящий от формы индентора, $E_r = [(1 - \nu^2)E^{-1} + (1 - \nu_i)E_i^{-1}]^{-1}$ — приведенный модуль Юнга, E и ν — модуль Юнга и коэффициент Пуассона материала образца, E_i и ν_i — то же для материала индентора, $A \approx 13.2h^2$ — площадь проекции отпечатка индентора Виккерса на поверхность образца. Для аксиально-симметричного конуса $k = 1.13$ по данным [1,2], для трехгранной пирамиды Берковича $k = 1.17$ [2], а для четырехгранной пирамиды Виккерса $k = 1.15$ [2]. Другие авторы приводят несколько отличающиеся от этих значения k , также полученные численным решением трехмерной упругой задачи. Так, например, для пирамиды Берковича в [3] получено значение $k = 1.69$. Угловая частота собственных затухающих колебаний ω связана с этими параметрами очевидным соотношением $\omega = \{[(C^{-1} + C_2^{-1})^{-1} + C_1]m^{-1} - D^2\}^{1/2}$. Конструктивные

особенности установок сознательно приняты такими, чтобы удовлетворялись условия $C_2 \gg C$, $C_1 \ll C$, $D_1 \ll D$ и $D_2 \ll D$ (реально $C_2 = 50 \text{ MN/m}$, $C_1 = 1 \text{ kN/m}$, $D_1 < 1 \text{ s}^{-1}$, $D_2 < 0.1 \text{ s}^{-1}$, $D \geq 30 \text{ s}^{-1}$, а измеренные значения C составляли 3–5 MN/m), так что в первом приближении режим погружения и возникающих колебаний определялся только свойствами материала в контактной области, т.е. величинами C и D . Поскольку C растет пропорционально h , при некотором критическом значении h_c начинает выполняться условие $Cm^{-1} \geq D^2$, и система из аperiодического режима переходит в колебательный. В исследованных кристаллах при нагрузке в несколько N он наступал при $h_c = 3\text{--}14 \text{ }\mu\text{m}$.

Сопоставление результатов эксперимента и табличных значений модуля Юнга исследуемых материалов

Номер опыта	Тип кристалла	T , К	Нагрузка на индентор F , Н	Модуль Юнга			Наличие трещин
				E_c , GPa (справочное значение)	E_s , GPa (расчет при k)		
					1.13	1.69	
1	NaCl	77	12.7	49	50	33	Отсутствуют То же
2	LiF	77	1.9	114	125	82	
3	LiF	77	9.0	114	66	44	Единичные
4	KCl:Ba (0.1 mol%)	77	4.6	40	22	14	То же
5	MgO	273	5.7	286	41	27	Множественные

Как видно из таблицы, определенные таким образом значения модуля Юнга исследуемого материала E_c в случае отсутствия разрушений под индентором совпадают со справочными значениями E_s с точностью лучше 10% (при $k = 1.13$ [1,2]). При этом совпадение расчетных и справочных данных для кристаллов LiF и NaCl не может быть случайным, несмотря на то что величина E_c является эффективной (так как отражает упругие свойства материала сильно и неоднородно деформированной области контакта). Для значений $k = 1.69$ [3] такого согласия не наблюдалось ни в одном из опытов. В тех случаях, когда индентирование сопровождается трещинообразованием, $E_c > E_s$, что вполне естественно, так как к податливости сжатия кристаллической решетки добавляется податливость, связанная с образованием и раскрытием трещин.

Таким образом, измерение параметров собственных колебаний системы индентор–образец в материалах, не склонных к хрупкому разрушению, может быть использовано для определения модуля Юнга в объемах $\sim 10^2\text{--}10^3 \text{ }\mu\text{m}^3$, а в хрупких материалах — для обнаружения трещин под индентором по дефекту модуля. Кроме того, эта методика позволяет осуществлять обоснованный выбор между различными моделями упругого поведения материала под индентором, как это видно из приведенной таблицы.

- [1] Oliver W.C., Pharr G.M. J. Mater. Res. 7, 6, 1564 (1992).
 [2] Pharr G.M., Oliver W.C., Brotzen F.R. J. Mater. Res. 7, 3, 613 (1992).
 [3] Murakami Yu., Tanaka K., Itokazu M., Shimamoto A. Phil. Mag. A69, 6, 1131 (1994).

Физика твердого тела, том 38, № 4, 1996
 Solid State Physics, vol. 38, N 4, 1996

ТЕМПЕРАТУРА СВЕРХПРОВОДЯЩЕГО ПЕРЕХОДА И ЭНЕРГЕТИЧЕСКАЯ ЩЕЛЬ В СВЕРХПРОВОДНИКАХ $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$ ПРИ $0.41 \leq x \leq 0.88$

© Е.И.Никулин, Ю.П.Степанов

Физико-технический институт им.А.Ф.Иоффе Российской академии наук,
 194021 Санкт-Петербург, Россия
 (Поступило в Редакцию 11 октября 1995 г.)

Важнейшими характеристиками сверхпроводника являются температура сверхпроводящего перехода T_c и величина энергетической щели Δ . В настоящей работе приведены результаты измерения T_c и Δ образцов $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$ в широкой области изменения содержания кислорода x до исчезновения сверхпроводимости.

Была приготовлена серия керамических образцов $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$ от $x = 0.88$ до $x = 0.41$. Исходный материал получали золь-гельным методом из особо чистых нитратов иттрия, бария и меди. Вариации концентрации кислорода в образцах достигались термической обработкой в вакууме. Содержание кислорода в образцах x определялось иодометрическим методом с точностью 0.01. Для обеспечения однородности образцы отжигались при температуре 550°C в течение 5 h и затем охлаждались со скоростью 10 градусов в час. Образцы представляли собой прямоугольные бруски размером $2 \times 2 \times 10$ mm. Измерение проводимости σ и температуры перехода T_c производилось на постоянном токе четырехконтактным методом.

Переход был резким при больших содержаниях кислорода и становился заметно размытым при меньших x (например; при $x = 0.50$ переход растягивался на 10 градусов). Как обычно, T_c соответствует уменьшению сопротивления образца вдвое.

Для определения значения энергетической щели была разработана методика, связанная с измерением дополнительного сопротивления на границе нормальный металл-ВТСП (NS-границе) [1]. Массивный медный электрод был плотно прижат к полированной поверхности бруска $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$, образуя туннельный контакт, где роль изолирующего слоя (и NS-границы) играет воздушный зазор и (или) слой окисла на поверхности ВТСП. Сопротивление такой ячейки включает последовательно соединенные сопротивления массивного медного электрода, туннельного контакта и образца ВТСП. Все измерения проводились при гелиевых температурах. При 4.2 K сопротивление медного электрода близко к нулю, сопротивление образца ВТСП равно нулю и сопротивление ячейки определяет туннельный контакт. При пропускании тока падение напряжения на туннельном NS-контакте V