

Получение, структура, свойства

УДК 539.533:549.51/.53

**С. Н. Дуб^{1,*}, Р. П. Явецкий², В. А. Белоус³,
Е. Ф. Долженкова², Г. Н. Толмачева³, О. Ц. Сидлецкий⁴**

¹Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля
НАН Украины, г. Киев, Украина

²Институт монокристаллов НАН Украины, г. Харьков, Украина

³Национальный научный центр “Харьковский физико-
технический институт” НАН Украины, г. Харьков, Украина

⁴Институт сцинтилляционных материалов НАН Украины

**lz@ism.kiev.ua, sergey-dub@bigmir.net*

Зарождение пластического течения при нанодеформировании алюмоиттриевого граната $Y_3Al_5O_{12}$

Методом наноиндентирования в режиме непрерывного контроля жесткости контакта исследовано зарождение пластического течения при нанодеформировании алюмоиттриевого граната (АИГ) с низкой (монокристалла (111) АИГ после отжига при температуре 1300 °С) и высокой (поликристаллического АИГ с размером зерна ~ 20 мкм после механической полировки) плотностью дислокаций. Для образца с высокой плотностью дислокаций наблюдали плавный упругопластический переход в наноконтакте в результате движения и размножения уже существующих в образце дислокаций. Для монокристалла (111) АИГ после отжига при температуре 1300 °С наблюдали резкий упругопластический переход (pop-in), вызванный гомогенным зарождением дислокаций в области под контактом.

***Ключевые слова:** наноиндентирование, алюмоиттриевый гранат, зарождение пластического течения, теоретическая прочность на сдвиг.*

ВВЕДЕНИЕ

Наноиндентирование (измерение твердости по глубине отпечатка) начали использовать в восьмидесятых годах прошлого века [1]. В процессе таких испытаний непрерывно регистрируют зависимость перемещения h индентора от приложенной нагрузки P . Для нахождения твердости H и модуля упругости E после испытаний анализируют кривую разгрузки индентора [2]. В результате такого анализа находят жесткость контакта при максимальной нагрузке на индентор. Знание жесткости контакта позволяет определить

площадь проекции контакта под максимальной нагрузкой, твердость и модуль упругости образца без измерения размеров отпечатка, полученного при глубинах $\ll 1$ мкм. Но этим возможности наноиндентирования не исчерпываются. Реальные пирамидальные инденторы не являются идеально острыми – в вершине любого такого индентора имеется затупление, форма которого для индентора Берковича близка к сферической. Поэтому при внедрении пирамидального индентора в поверхность образца зарождение пластичности в контакте произойдет не сразу, а только на некоторой глубине (от 10 до 70 нм), т. е. на начальном участке внедрения пирамидального индентора в контакте происходит переход от упругой к упругопластической деформации. Установлено, что упругопластический переход в наноконтакте происходит либо резко, с образованием скачка деформации, либо плавно, без резкого увеличения глубины контакта. Резкий упругопластический переход (*pop-in*) наблюдается в материалах с низкой плотностью дислокаций в результате гомогенного или гетерогенного зарождения дислокаций в предварительно свободной от дислокаций области под контактом [3–5]. Случаи гомогенного зарождения дислокаций позволяют получить экспериментальную оценку теоретической прочности на сдвиг при испытании массивных образцов, в том числе и хрупких материалов [4, 6, 7]. Плавный упругопластический переход характерен для материалов с высокой плотностью дислокаций в объеме или в поверхностном слое образца в результате движения и размножения уже существующих в области контакта дислокаций [6, 8]. Плавный упругопластический переход в контакте при наноиндентировании позволяет определять предел текучести на наноуровне даже для хрупких материалов [8–11].

Наноиндентирование уже применяли для измерения твердости и модуля упругости образцов алюмоиттриевого граната $Y_3Al_5O_{12}$ (АИГ) [11–13], однако, насколько известно авторам, измерения предела текучести методом наноиндентирования для монокристалла АИГ не проводили. Для образцов мелкозернистого поликристаллического АИГ (механическая полировка) определяли среднее контактное давление (СКД) начала пластического течения в контакте [11]. Обнаружено, что зарождение пластичности происходит при СКД равному 22 ГПа, которое несколько выше твердости образца – 21 ГПа. Установление СКД, при котором происходит зарождение пластичности в наноконтакте, позволяет найти максимальные сдвиговые напряжения начала пластического течения при внедрении индентора Берковича, однако в [11] они не были определены.

Ранее для исследования механических свойств АИГ применяли обычное квазистатическое наноиндентирование. В последнее время получило распространение наноиндентирование в режиме непрерывного контроля жесткости контакта (Continuous Stiffness Measurement – CSM) [14]. Этот режим позволяет более детально исследовать упругопластический переход в наноконтакте и более точно определять СКД зарождения пластического течения [5].

Цель данной работы – исследование зарождения пластического течения при нанодеформировании образцов АИГ с низкой (монокристалл АИГ после отжига) и очень высокой (образец поликристаллического АИГ, поверхность которого готовили к испытаниям механической полировкой) плотностью дислокаций. Для измерения предела текучести АИГ на наноуровне применяли наноиндентирование в режиме CSM.

ЭКСПЕРИМЕНТ

Монокристаллы АИГ были получены в Институте сцинтилляционных материалов НАН Украины методом Чохральского на затравку, ориентирован-

ную вдоль направления $\langle 111 \rangle$ с использованием иридиевых тиглей согласно методике, предложенной в [15]. Образец для исследований размером $5 \times 5 \times 5$ мм вырезали перпендикулярно направлению выращивания. Поверхность образца (111) АИГ механически шлифовали и полировали, а затем отжигали при 1300°C в течение 8 ч для удаления мелкозернистого поверхностного слоя с высокой плотностью дислокаций, образовавшегося в процессе механической обработки поверхности образца.

Поликристаллический образец YAG:Nd^{3+} (4 % (ат.)) с размером зерен ~ 20 мкм был получен в Институте монокристаллов НАН Украины методом реакционного спекания при температуре 1750°C в течение 12 ч [16]. В качестве исходных материалов использовали оксиды Y_2O_3 и Nd_2O_3 зернистостью 100 нм и Al_2O_3 зернистостью 250 нм; в качестве спекающей добавки применяли тетраэтиловый эфир ортокремневой кислоты. После спекания образцы отжигали при 1350°C в течение 15 ч для восстановления стехиометрии по кислороду, а затем шлифовали и полировали с обеих сторон. При шлифовке и полировке абразивами образовался тонкий мелкозернистый поверхностный слой с высокой плотностью дислокаций [17].

Механические свойства образцов АИГ изучали на нанотвердомере Nano Indenter-G200 (“Agilent Technologies”, США) индентором Берковича с радиусом затупления в вершине ~ 340 нм. На каждом образце наносили по 10 отпечатков. Испытания проводили в режиме CSM. При таком режиме наноиндентирования напряжение, которое подается на нагружающее устройство, модулируется низкочастотным и низкоамплитудным сигналом [14]. В результате при внедрении индентора появляются участки кратковременного снижения нагрузки, что позволяет получать зависимость жесткости контакта и СКД от перемещения на участке внедрения индентора. Нагрузку на индентор Берковича увеличивали до тех пор, пока перемещение индентора не достигало 200 нм. Испытания проводили при постоянной скорости деформации, равной $0,05 \text{ c}^{-1}$. Частота сигнала CSM была равна 45 Гц, амплитуда осцилляций – 2 нм.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Монокристалл (111) АИГ

Типичная диаграмма внедрения индентора для монокристалла (111) АИГ с низкой плотностью дислокаций (образец после отжига) приведена на рис. 1. Для всех отпечатков в этом случае на кривой внедрения наблюдается резкое увеличение глубины отпечатка за десятые доли секунды на 8–12 нм (*pop-in*) при перемещении вершины индентора равном ~ 70 нм (см. рис. 1). Критическая нагрузка P_c образования ступеньки на кривой $P-h$ изменяется в пределах от 2,52 до 3,00 мН, в среднем она равна $2,66 \pm 0,22$ мН. Зависимость СКД от перемещения индентора для монокристалла АИГ также приведена на рис. 1. Из рисунка видно, что СКД растет от нуля до 33,7 ГПа ($\sim 1,4H$, где H – твердость) при нагрузке 3,8 мН и перемещении 69 нм. После образования ступеньки на кривой $P-h$ СКД падает до 21 ГПа и затем не изменяется при дальнейшем росте нагрузки в исследованном диапазоне перемещений. Если нагрузить индентор до нагрузки ниже критической, то деформация в контакте будет чисто упругой (остаточный отпечаток отсутствует) [3–7]. Таким образом, ступенька на кривой внедрения индентора в поверхность монокристалла (111) АИГ соответствует переходу от упругой к упруго-пластической деформации в контакте. Следовательно, максимальные сдвиговые напряжения в момент образования

ступеньки на кривой $P-h$ характеризуют предел текучести АИГ на наноуровне. Как уже отмечалось выше, при перемещениях индентора $h < 75$ нм испытания проводят сферической вершиной пирамидального индентора Берковича. Поэтому для анализа начального участка кривой внедрения до начала упругопластического перехода в контакте применяли решение задачи об упругом контакте сферы с полупространством (задача Герца). Для сферического индентора максимальное контактное давление p_{\max} и среднее контактное давление p_{mean} (твердость по Мейеру) определяются как [18]

$$p_{\max} = \left(\frac{6PE_r^2}{\pi^3 R^2} \right)^{1/3}; \quad p_{\text{mean}} = \frac{2}{3} p_{\max}, \quad (1)$$

где E_r – приведенный модуль упругости; P – нагрузка, приложенная к индентору; R – радиус сферического индентора (рис. 2). Максимальные сдвиговые напряжения в контакте равны [18]

$$\tau_{\max} = \frac{1}{2} |\sigma_1 - \sigma_3|, \quad (2)$$

где σ_1 и σ_3 – главные напряжения; τ_{\max} достигает наибольшего (τ_c) значения прямо под центром контакта ($r = 0$) на расстоянии равном 0,48 радиуса контакта a под поверхностью образца (см. рис. 2) [18]:

$$\tau_c = [0,61 - 0,23(1 + \nu)] p_{\max} \approx 0,31 p_{\max} \approx 0,47 p_{\text{mean}}. \quad (3)$$

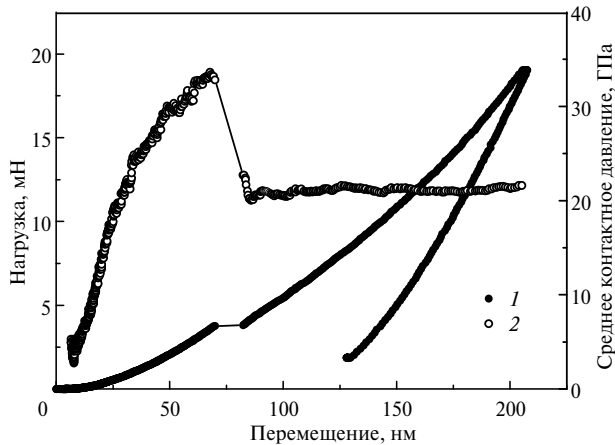


Рис. 1. Диаграмма внедрения индентора Берковича (1) и зависимость среднего контактного давления (2) от перемещения индентора для образца монокристалла (111) АИГ с низкой плотностью дислокаций (образец отжидали перед испытаниями).

Из уравнения (3) следует, что $p_{\text{mean}} \approx 2,2\tau_c$. Сдвиговые напряжения τ_c не могут превышать теоретическую прочность на сдвиг $\tau_{th} = G/2\pi$ (G – модуль сдвига). Следовательно, теоретическая твердость (СКД при сдвиговых напряжениях, равных теоретической прочности на сдвиг) в случае сферического индентора равна $\sim 2,2\tau_{th}$.

Предположение о сферической форме вершины индентора Берковича подтверждают прямые исследования методом атомно-силовой микроскопии. Радиус затупления вершины индентора Берковича, который использовали в данном исследовании, по данным атомно-силовой микроскопии равен ~ 340 нм [19]. Как уже отмечалось выше, СКД в момент упруго-пластического перехода ($P = P_c$) для монокристалла АИГ равно 33,7 ГПа (см. рис. 1).

Из уравнения (3) получаем, что сдвиговые напряжения τ_c при $P = P_c$ для АИГ в среднем равны 14,5 ГПа (таблица). Для АИГ теоретическая прочность на сдвиг равна 19,9 ГПа (модуль сдвига АИГ равен 125 ГПа), а теоретическая твердость в приближении сферического индентора – 44 ГПа. Таким образом, сдвиговые напряжения в контакте в момент упруго-пластического перехода приближаются к теоретической прочности АИГ на сдвиг, а СКД – к теоретической (упругой) твердости.

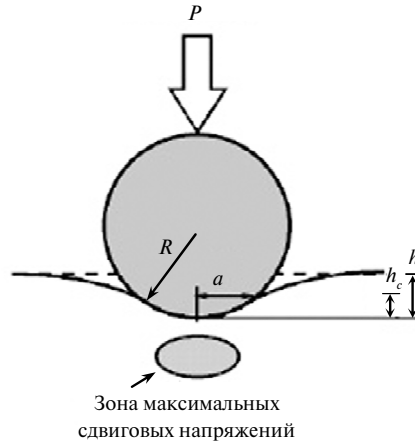


Рис. 2. Схема контакта сферического индентора с плоской поверхностью: R – радиус сферы; a – радиус контакта; h – перемещение индентора; h_c – глубина контакта; для сферического индентора $h_c = 0,5h$.

Результаты измерения механических свойств АИГ с высокой (поликристаллический образец после механической полировки поверхности) и низкой (монокристалл (111) после отжига) плотностью дислокаций

Образец	E , ГПа	H , ГПа	P_c , мН	ρ_{mean} , ГПа	τ_c , ГПа
Поликристаллический $Y_3Al_5O_{12}$	313 ± 11	$21,8 \pm 1,1$	$\sim 0,5$	$17,4 \pm 2,9$ ($\sim 0,80 H$)	$8,4 \pm 1,4$ ($\sim G/15$)
Монокристалл (111) $Y_3Al_5O_{12}$	310 ± 10	$21,9 \pm 0,6$	$2,66 \pm 0,22$	$30,0 \pm 2,1$ ($\sim 1,37 H$)	$14,5 \pm 1,0$ ($\sim G/9$)

Резкий упруго-пластический переход типичен для монокристаллов металлов, полупроводников и тугоплавких соединений с низкой плотностью дислокаций в образце [20]. Обычно для монокристаллов такой упругопластический переход связывают с гетерогенным или гомогенным зарождением дислокаций в контакте. В монокристаллах с плотностью дислокаций меньше 10^6 см^{-2} размер отпечатка при перемещении индентора < 100 нм становится намного меньше среднего расстояния между дислокациями в образце. В этом случае велика вероятность того, что в области контакта нет дислокаций – носителей пластической деформации. Поэтому при росте нагрузки на индентор сдвиговые напряжения в контакте растут, однако пластическая деформация не начинается. Лишь при нагрузке P_c , при которой сдвиговые напряжения под отпечатком приближаются к теоретической прочности на сдвиг, происходит локальная потеря устойчивости кристаллической решетки образца, образование первой дислокационной петли и ее лавинообразное размножение. После образования ступеньки на кривой $P-h$ твердость снижается до

21,9±0,6 ГПа. Это твердость поверхности (111) АИГ, когда в области отпечатка уже есть дислокации, образовавшиеся при упруго-пластическом переходе в отпечатке. СКД в момент образования ступеньки (33,7 ГПа) дает экспериментальную оценку максимально возможной для монокристалла АИГ твердости (предельная твердость). Такой она была бы, если бы не дефекты кристаллической решетки (в первую очередь – дислокации), которые облегчают начало пластического течения в кристаллах.

Поликристаллическая керамика

Результаты испытаний образца крупнозернистого поликристаллического АИГ (с механической полировкой поверхности) показали, что его твердость равна 21,8±1,1 ГПа, модуль упругости – 313±11 ГПа (см. таблицу). Данные значения H и E полностью совпадают с теми результатами, которые были получены для образца монокристалла АИГ. Размер отпечатка при глубине внедрения 200 нм (~ 2 мкм) намного меньше размера зерна (~ 20 мкм). Поэтому при глубине отпечатка равной 200 нм определяли твердость и модуль упругости не образца в целом, а отдельного зерна. И это объясняет совпадение результатов для монокристалла и поликристаллического образца. Полученные значения твердости и модуля упругости хорошо совпадают с результатами, полученными для образцов АИГ в более ранних публикациях [11–13].

Типичная диаграмма внедрения индентора Берковича для крупнозернистого образца АИГ показана на рис. 3. Видно, что перемещение индентора для этого образца монотонно увеличивается с нагрузкой. Известно, что механическая полировка поверхности (0001) сапфира создает приповерхностный слой толщиной ~ 250 нм с высокой плотностью дислокаций [17]. Подвижность дислокаций в АИГ выше, чем в сапфире, следовательно, дефектный поверхностный слой в образце АИГ после механической полировки будет еще толще, поэтому для механически полированного поликристаллического образца АИГ среднее расстояние между дислокациями в поверхностном слое намного меньше размера отпечатка даже при перемещении ~ 20–30 нм. В этом случае начало пластического течения в контакте будет вызвано движением и размножением уже существующих в области контакта дислокаций без образования *pop-in* на начальном участке внедрения индентора. На рис. 3 показана также зависимость СКД от перемещения для образца поликристаллического АИГ. На участке *I* СКД растет линейно в зависимости от перемещения – до 15 ГПа (точка *A* на рис. 3). Затем СКД продолжает расти с перемещением, но уже не так быстро, как вначале нагружения (участок *II*). После точки *B* СКД уже не зависит от перемещения (участок *III*). Подобную зависимость СКД от перемещения ранее наблюдал Д. Тэйбор при внедрении сферического индентора в поверхность предварительно деформированного образца низкоуглеродистой стали [21]. Наблюдаемая зависимость СКД от перемещения вызвана сменой режимов деформации в контакте [21]. Согласно Д. Тэйбору, на первом участке в контакте имела место только упругая деформация (см. рис. 3). В точке *A* критические сдвиговые напряжения под контактом достигли предела упругости образца и образовалась зона стесненной пластической деформации, со всех сторон окруженная упруго деформированным материалом (см. рис. 3, участок *II*). При дальнейшем росте нагрузки размер зоны стесненной пластической деформации растет и в точке *B* она выходит на поверхность образца. В этот момент начинается режим развитой пластичности в контакте (см. рис. 3, участок *III*). Таким образом, в точке *A* происходит зарождение пластического течения для мате-

риалов с высокой плотностью дислокаций, а участок *AB* – это упруго-пластический переход в контакте. Измерение твердости становится возможным только после начала режима развитой пластической деформации в контакте.

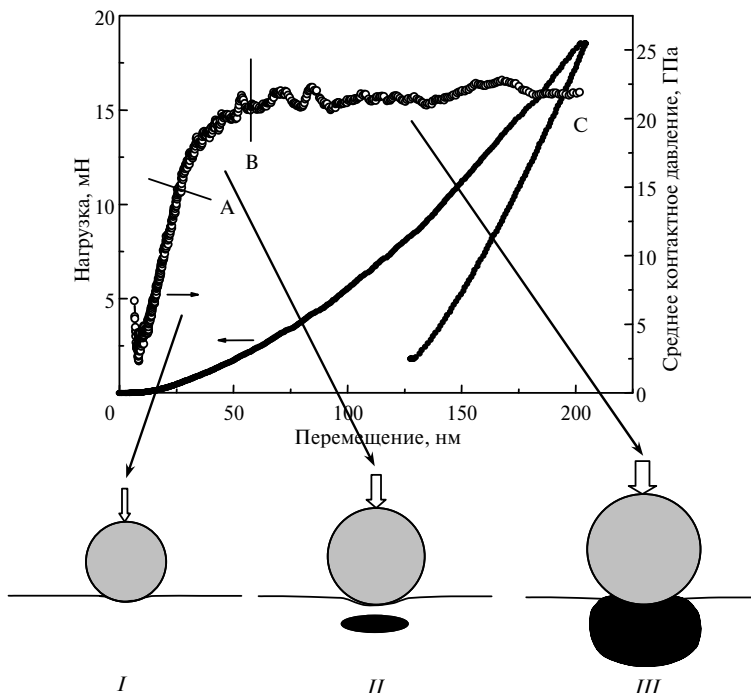


Рис. 3. Диаграмма внедрения индентора Берковича и зависимость среднего контактного давления от перемещения индентора для образца поликристаллического АИГ с высокой плотностью дислокаций в поверхностном слое с механической полировкой: *AB* – плавный упругопластический переход в области контакта; *A* – место зарождения пластической деформации; режимы деформации в наноконтакте – упругая деформация (*I*), стесненная пластическая деформация (*II*), развитое пластическое течение в контакте (*III*).

Из полученных результатов (см. рис. 3, таблицу) следует, что пластическое течение в контакте для поликристаллического АИГ (с поверхностью после механической полировки) зарождается при СКД, которое заметно ниже твердости $\sim 0,8H$, тогда как для монокристалла АИГ после отжига зарождение пластического течения в области контакта происходило при СКД, которое почти в 1,5 раза выше твердости (см. рис. 2, таблица). Это хорошо согласуется с существующими представлениями о том, что дефекты кристаллической решетки облегчают зарождение пластического течения в кристаллических материалах. Д. Тейбор для предварительно деформированной малоуглеродистой стали (материала с высокой плотностью дислокаций) наблюдал зарождение пластического течения при СКД равном $0,33H$ [21]. Полученные нами данные для механически полированных образцов АИГ, сапфира [5], стишовита [5] нанокристаллических [22], нанокомпозитных [19, 23] и аморфных [24, 25] твердых покрытий позволяют предположить, что СКД зарождения пластического течения при внедрении индентора Берковича повышается относительно твердости материала при снижении пластичности образца, т. е. чем меньше пластичность материала, тем ближе СКД зарождения пластичности к твердости, однако для материалов с высокой плотностью дислокаций всегда остается ниже твердости.

ВЫВОДЫ

В результате исследования влияния плотности дислокаций на начало пластического течения при нанодеформировании образцов алюмоиттриевого граната методом наноиндентирования в режиме непрерывного контроля жесткости контакта обнаружено, что для образца АИГ с высокой плотностью дислокаций (после механической полировки поверхности) наблюдается плавный упругопластический переход в наноконтакте индентора с поверхностью образца при сдвиговых напряжениях $\sim 8,4$ ГПа ($\sim G/15$) в результате движения и размножения уже существующих в области контакта дислокаций. Для образца с низкой плотностью дислокаций (монокристалл (111) АИГ после отжига при температуре 1300 °С) наблюдается резкий упругопластический переход в наноконтакте (*pop-in*), вызванный гомогенным зарождением дислокаций в области под контактом, что позволило впервые получить экспериментальную оценку теоретической прочности на сдвиг, которая равна 14,5 ГПа ($\sim G/9$).

*Методом наноіндентування у режимі неперервного контролю жорсткості контакту досліджено зародження пластичної течії при нанодеформуванні зразків алюмоітрієвого граната (АІГ) з низькою (монокристала (111) АІГ після відпаду при температурі 1300 °С) та високою (полікристалічного АІГ з розміром зерна біля 20 мкм після механічної поліровки) щільністю дислокацій. Для зразка з високою щільністю дислокацій спостерігався плавний пружнопластичний перехід в наноконтакті індентора з поверхнею зразка внаслідок руху та розмноження вже існуючих в області контакту дислокацій. Для монокристала (111) АІГ після відпаду при температурі 1300 °С спостерігався різкий пружнопластичний перехід у наноконтакті (*pop-in*), викликаний гомогенним зародженням дислокацій в області під контактом.*

Ключові слова: наноіндентування, алюмоітрієвий гранат, зародження дислокацій, теоретична міцність на зсув.

*The nanoindentation in the continuous stiffness measurement (CSM) mode was used to study the nucleation of the plasticity at the nanodeformation of the yttrium-aluminium garnet (YAG) having a low ((111) YAG single crystal after the annealing at the temperature of 1300 °C) and a high (polycrystalline yttrium-aluminium garnet with a grain size of ~ 20 nm after the mechanical polishing) density of dislocations. For a sample having a high dislocations density a smooth elastoplastic transition was observed in the nanocontact as a result of the motion and multiplication of dislocations that are already present in the sample. For (111) YAG single crystal after annealing at the temperature of 1300 °C an abrupt elastoplastic transition (*pop-in*) caused by a homogeneous nucleation of dislocations in the region under the contact was observed.*

Keywords: nanoindentation, yttrium-aluminium garnet, onset of plasticity, theoretical shear strength

1. Oliver W. C., Hutchings R., Pethica J. B. Measurement of hardness at indentation depths as low as 20 nanometres // *Microindentation Techniques in Materials Science and Engineering* / Eds. P. J. Blau, B. R. Lawn. – Philadelphia: American Society for Testing and Materials, 1986. – P. 90–108.
2. 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. – 7. – P. 1564–1583.
3. Michalske T. A., Houston J. E. Dislocation nucleation at nano-scale mechanical contacts // *Acta Mater.* – 1998. – 46. – P. 391–396.
4. Zbib A. A., Bahr D. F. Dislocation nucleation and source activation during nanoindentation yield points // *Metall. Mater. Trans. A.* – 2007. – 38. – P. 2249–2255.
5. Дуб С. Н., Петруша И. А., Бушля В. М., Тянигучи Т., Белоус В. А., Толмачова Г. Н., Андреев А. В. Теоретическая прочность на сдвиг и зарождение пластической деформации

- при нанодетформировании кубического нитрида бора // Сверхтв. материалы. – 2017. – № 2. – С. 20–34.
6. Bahr D. F., Kramer D. E., Gerberich W. W. Non-linear deformation mechanisms during nanoindentation // Acta Mater. – 1998. – **46**. – P. 3605–3617.
 7. Дуб С. Н., Куц В. И., Кайдаш О. Н., Серета В. П., Панасюк Т. С. Зарождение пластического течения в карбиде бора при наноиндентировании // Сверхтв. материалы. – 2015. – № 1. – С. 13–20.
 8. Chen J., Wang W., Qian L. H., Lu K. Critical shear stress for onset of plasticity in a nanocrystalline Cu determined by using nanoindentation // Scr. Mater. – 2003. – **49**. – P. 645–650.
 9. Lilleoden E. T., Nix W. D. Microstructural length-scale effects in the nanoindentation behavior of thin gold films // Acta Mater. – 2006. – **54**. – P. 1583–1593.
 10. Wang Y., Tam, Eric, Shen Y. G. An investigation on the onset of plastic deformation of nanocrystalline solid solution Ti–Al–N films // Eng. Fract. Mech. – 2008. – **75**. – P. 4978–4984.
 11. Lozano-Mandujano D., Zarate-Medina J., Morales-Estrella R., Munoz-Saldan J. Synthesis and mechanical characterization by nanoindentation of polycrystalline YAG with Eu and Nd additions // Ceram. Int. – 2013. – **39**. – P. 3141–3149.
 12. Долженкова, Е. Ф., Белоус, В. А., Дорошенко, А. Г., Петруша, И. А., Ткаченко, В. Ф., Толмачева, Г. Н., Туркевич, В. З., Явецкий П. П. Влияние размера зерна на прочность оптической керамики $Y_3Al_5O_{12}$ // Неорган. материалы. – 2011. – **47**. – С. 1271–1278.
 13. Wang Z. Y., Huang J. S., Jiang K., Liu M. Y., Duan Z. W., Lu J., Cedelle Z. W., Guan T. C., Lu Q. Y. Unique mechanical properties of nano-grained YAG transparent ceramics compared with coarse-grained partners // J. Mater. Des. – 2016. – **105**. – P. 9–15.
 14. Hay J., Agee P., Herbert E. Continuous stiffness measurement during instrumented indentation testing // Exp. Tech. – 2010. – N 3. – P. 86–94.
 15. Sidletskiy O., Kononets V., Lebbou K., Neicheva S., Voloshina O., Bondar V., Baumer V., Belikov K., Gektin A., Grinyov B., Joubert M.-F. Structure and scintillation yield of Ce-doped Al–Ga substituted yttrium garnet // Mater. Res. Bull. – 2014. – **47**. – P. 3249–3252.
 16. Yavetskiy R. P., Kosyanov D. Yu., Doroshenko A. G., Parkhomenko S. V., Mateychenko P. V., Vorona I. O., Tolmachev A. V., Lopin A. V., Baumer V. N., Voznyy V. L. Microstructure evolution of SiO_2 , ZrO_2 -doped $Y_3Al_5O_{12}:Nd^{3+}$ ceramics obtained by reactive sintering // Ceram. Int. – 2015. – **41**. – P. 11966–11974.
 17. Saito, T., Hirayama, T., Yamamoto, T., Ikuhara, Y. Lattice strain and dislocations in polished surfaces on sapphire // J. Am. Ceram. Soc. – 2005. – **88**. – P. 2277–2285.
 18. Джонсон К. Механика контактного взаимодействия. – М.: Мир, 1989. – 510 с.
 19. Иващенко В. И., Дуб С. Н., Скрынский П. Л., Погребняк А. Д., Соболев О. В., Толмачева Г. Н., Рогоз В. Н., Синельниченко А. К. Nb–Al–N-тонкие пленки: структурный переход от нанокристаллического твердого раствора nc-(Nb,Al)N к нанокompозиту nc-(Nb,Al)N/a-AlN // Сверхтв. материалы. – 2016. – № 2. – С. 40–54.
 20. Дуб С. Н., Засимчук И. К., Матвиенко Л. Ф. Влияние твердорастворного упрочнения иридием на зарождение дислокаций в монокристалле молибдена при наноиндентировании // ФТТ. – 2011. – **53**. – С. 1332–1339.
 21. Tabor D. Hardness of metals. – Oxford: Clarendon Press, 1951.
 22. Abadias G., Koutsokeras L. E., Dub S. N., Tolmacheva G. N., Debelle A., Sauvage T., Villechaise P. Reactive magnetron co-sputtering of hard and conductive ternary nitride thin films: Ti–Zr–N and Ti–Ta–N // J. Vac. Sci. Technol. A. – 2010. – **28**. – P. 541–551.
 23. Saladukhin A., Abadias G., Michel A., Zlotski S. V., Uglov V. V., Tolmacheva G. N., Dub S. N. Influence of Al content on the phase formation, growth stress and mechanical properties of TiZrAlN coatings // Thin Solid Films. – 2013. – **538**. – P. 32–41.
 24. Ivashchenko V. I., Scrynskyu P. L., Dub S. N., Butenko O. O., Kozak A. O., Sinelnichenko O. K. Structural and mechanical properties of Al–Mg–B films: Experimental study and first-principles calculations // Ibid. – 2016. – **599**. – P. 72–77.
 25. Козак А. О., Иващенко В. И., Порада О. К., Иващенко Л. А., Синельниченко О. К., Дуб С. Н., Литвин О. С., Тимофеева И. И., Толмачева Г. Н. Вплив потоку азоту на властивості аморфних Si–C–N тонких плівок, отриманих магнетронним розпиленням // Сверхтв. материалы. – 2015. – № 5. – С. 12–24.

Поступила 13.09.16