

**С. М. Дуб<sup>1,\*</sup>, А. І. Тюрін<sup>2</sup>, Т. О. Пріхна<sup>1</sup>**<sup>1</sup>Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля

НАН України, м. Київ, Україна

<sup>2</sup>Тамбовський державний університет ім. Г. Р. Державіна,

м. Тамбов, Росія

\*Iz@ism.kiev.ua

## Повзучість та в'язкопружність МАХ-фази Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub> при кімнатній температурі

*Представлено результати порівняльного наноіндентування МАХ-фази Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub> (наношаруватого матеріалу), монокристала (001) LiF (пружно-пластичного матеріалу) і полімеру PTFE (в'язко-пружно-пластичного матеріалу). При квазістатичному наноіндентуванні було визначено твердість та модуль пружності зразків і виявлено значне розсіювання пружної енергії для МАХ-фази Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub> при циклічному навантаженні (характерно і для інших наноламінатних матеріалів – графіту, високотемпературних надпровідників). Для визначення характеристик в'язко-пружності МАХ-фази реєстрували зміну глибини відбитка протягом 60 с після швидкого розвантаження індентора. Вперше визначено час релаксації для МАХ-фази. Швидке розвантаження дозволило також розділити компоненти деформації (пружну, в'язко-пружну та пластичну) у наноконтакті для цих матеріалів. Якщо для LiF частка в'язко-пружної деформації в загальній деформації у контакті нехтовно мала (~ 0,1 %), то для МАХ-фази Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub> і полімеру PTFE вона помітно вища і дорівнює ~ 1 і ~ 17 % відповідно.*

**Ключові слова:** МАХ-фаза, наноіндентування, повзучість, в'язко-пружність.

### ВСТУП

МАХ-фази (M<sub>n+1</sub>AX<sub>n</sub>-фази, де n змінюється від 1 до 3; М – 3d-перехідний метал; А – елемент підгрупи А, найчастіше IIIA або IVA; X – С і/або N) є наношаруватими матеріалами (наноламінатами) [1–3] і мають високу електро- та теплопровідністю, низький коефіцієнт тертя в порівнянні з відомими твердими матеріалами, високу жорсткість в поєднанні з низькою густиною і великою стійкістю до пошкоджень. МАХ-фази демонструють незвичайну механічну поведінку при випробуваннях на твердість: на кривій занурення індентора спостерігаються скачки деформації (різке збільшення глибини відбитка), викликані утворенням кінків (розшарування і утворення смуг вигину (kink bands) в контакті) [1, 2]. Крім того, при циклічному навантаженні індентора виникає широка петля гістерезису [3]. Це вказує на те, що в контакті має місце часозалежна пружна деформація (в'язко-пружність), характерна для органічних [4] і неорганічних [5] полімерів. В цьому разі ширина петлі зменшується зі зменшенням швидкості деформації. Широка петля також може бути викликана фазовими перетвореннями під дією високого тиску в контакті (кремній і германій), але в цьому випадку ширина петлі не залежить від швидкості деформації [6].

Звичайні випробування на повзучість надзвичайно тривалі (біля року) та придатні тільки до достатньо пластичних матеріалів, в першу чергу, металів і сплавів. В останній час для дослідження повзучості стало широко застосовуватися наноіндентування [7–10]. Зазвичай при випробуваннях на твердість індентор витримують під максимальним навантаженням протягом 10–15 с, після чого починається розвантаження (рис. 1, а, крива 1). При дослідженні повзучості час витримки під максимальним навантаженням зростає до кількох хвилин. При цьому нанотвердомір реєструє залежність глибини занурення індентора від часу. Висока чутливість сучасних нанотвердомірів дозволяє за кілька хвилин отримати достатньо інформації для визначення характеристик повзучості зразка. Більш того, такі випробування можна проводити і для крихких матеріалів. Таким чином, наноіндентування дозволяє різко скоротити тривалість випробувань до кількох хвилин, досліджувати повзучість у крихких матеріалах, а також спрощує вимоги до розмірів і форми зразка – достатньо мати плоску поліровану поверхню площею біля 1 мм<sup>2</sup>. У наноіндентуванні для визначення характеристик в'язко-пружності застосовують імпульсне навантаження індентора [5, 10, 11] (див. рис. 1, а, крива 2). Випробування здійснюють за наступною схемою: швидке навантаження (1 с), витримка протягом декількох хвилин під навантаженням, швидке повне розвантаження (1 с) і відстеження зміни глибини відбитка протягом декількох хвилин. Для звичайних пружно-пластичних матеріалів глибина відбитка після повного розвантаження не змінюється. А в разі в'язко-пружних матеріалів після швидкого розвантаження глибина відбитка продовжує зменшуватися в результаті релаксації запізнілої пружної деформації (в'язко-пружність). Для МАХ-фаз такі дослідження автори вже проводили на приладі Nano Indenter II, “Nano Instruments, Inc.”, який реєструє навантаження і переміщення з частотою 3 Гц [3], що недостатньо при випробуванні матеріалів з високою твердістю і низькою в'язко-пружністю. Тому в даному дослідженні застосовували нанотвердомір TI 950 TriboIndenter, фірми “Hysitron”, що виконує реєстрацію даних з частотою до 200 Гц.

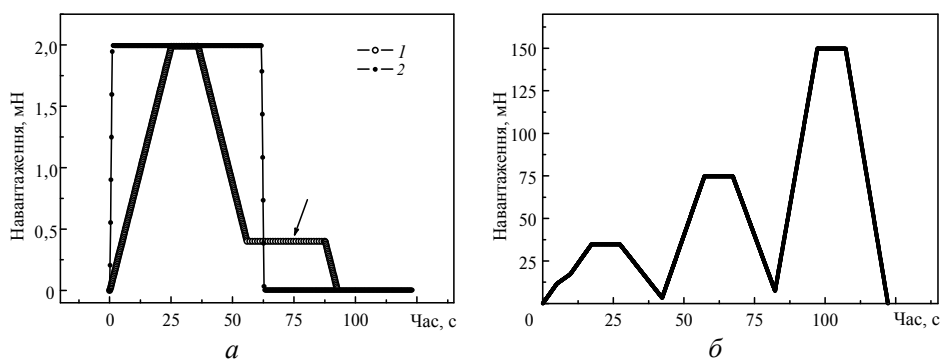


Рис. 1. Схема навантаження при звичайному (1) та імпульсному (2) режимах наноіндентування; стрілкою показано зупинку індентора для виміру теплового дрейфу в приладі (а); схема навантаження при циклічному наноіндентуванні (б).

Метою даної роботи є вивчення повзучості й в'язко-пружності МАХ-фази  $\text{Ti}_3\text{AlC}_2$  при кімнатній температурі з застосуванням наноіндентування з імпульсним навантаженням і високою швидкістю реєстрації даних по навантаженню і переміщенню індентора з метою підвищення точності визначення характеристик повзучості й в'язко-пружності МАХ-фаз.

## ЕКСПЕРИМЕНТ

Зразки МАХ-фази  $Ti_3AlC_2$  пористістю  $\sim 1-2\%$  отримували при тиску 30 МПа і температурі 1350 °С протягом 10 хв. У зразку присутні рівномірно розподіленні вclusions, які містять кисень (оксид алюмінію), що викликано високою спорідненістю алюмінію до кисню. Приблизний склад матеріалу, виходячи з результатів рентгенівського дифракційного аналізу, отримано методом Рітвельда: 95 % (за масою)  $Ti_3AlC_2$ , 2 % (за масою)  $Al_2O_3$  (сапфір), 3 % (за масою)  $TiC$  (рис. 2).

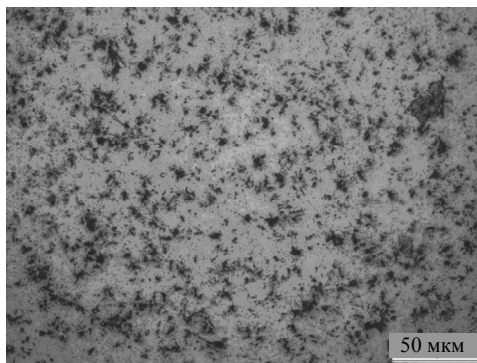


Рис. 2. Фотознімок поверхні зразка  $Ti_3AlC_2$ , чорні вclusions – оксид алюмінію (оптичний мікроскоп).

Механічні випробування зразків  $Ti_3AlC_2$  виконували на приладі TI 950 Tribointender фірми “Hysitron” (США) індентором Берковича. Проводили циклічне наноіндентування з триразовим навантаженням індентора (рис. 1, б) – 35, 75 і 150 мН, час навантаження – 15 с, витримка під навантаженням – 10 с, робили 20 замірів навантаження і переміщення в секунду. Цей експеримент виконували для визначення твердості  $H$  і модуля пружності  $E$  зразків, а також для оцінки втрат пружної енергії при циклічному навантаженні індентора. При звичайному наноіндентуванні рекомендується проводити розвантаження індентора не дуже швидко (за 20–30 с), щоб отримати достатню кількість даних для надійного визначення твердості й модуля пружності зразка. Глибина відбитка після повного розвантаження не контролюється і приймається незмінною. Така схема випробувань добре підходить для матеріалів, в’язкість яких висока при кімнатній температурі (метали і кераміка). Однак для в’язко-пружних матеріалів (наприклад, полімери), в яких при кімнатній температурі відбуваються інтенсивні релаксаційні процеси в області контакту, стандартна схема наноіндентування стає непридатною [12]. Для випробування в’язко-пружних матеріалів на нанотвердість була запропонована схема з імпульсним навантаженням до індентора [5, 10] за схемою, показаною на рис. 1, а. Навантаження збільшувалося за 1 с від 0 до 150 мН; потім витримували при цьому навантаженні протягом 120 с; розвантаження з 150 до 1,5 мН відбувалося за 1 с; витримували при навантаженні 1,5 мН протягом 120 с; далі відбувалося повне розвантаження індентора. Робилося 50 замірів навантаження і переміщення індентора в секунду.

Сегмент Hold 1 (див. рис. 1, а) застосовували для визначення характеристик повзучості, сегмент Hold 2 – для визначення характеристик в’язко-пружності. Для порівняння були також випробувані пружно-пластичні (площина (001) монокристала LiF) і в’язко-пружні (політетрафлуоетилен (PTFE)) матеріали.

## РЕЗУЛЬТАТИ

### Циклічне наноіндентування

Подивимося спочатку, як поведуться при циклічному навантаженні індентора звичайні пружно-пластичні матеріали на прикладі монокристала (001) LiF (рис. 3, а). З малюнка видно, що криві розвантаження індентора і повторного навантаження практично збігаються, розсіювання пружної енергії в контакті при циклічному навантаженні низьке. Для в'язко-пружного полімеру PTFE при циклічному навантаженні індентора утворюються широкі петлі (див. рис. 3, б). Ширина таких петель зменшується зі зменшенням швидкості навантаження/розвантаження індентора, а їх утворення в полімерах викликано наявністю помітної запізнілої пружної деформації в цих матеріалах. Для зразків МАХ-фази  $Ti_3AlC_2$  виявлено утворення широких петель при циклічному навантаженні (див. рис. 3, в), що вказує на в'язко-пружність МАХ-фази. Така механічна поведінка характерна і для інших наноламінатних матеріалів (графіт [13, 14], високотемпературні надпровідники [15]). Крім того, на кривих впровадження індентора спостерігаються стрибки деформації в контакті, викликані утворенням смуг вигину навколо відбитка. Такі стрибки відсутні на діаграмах впровадження індентора для LiF і PTFE. Отримані значення твердості і модуль пружності фази  $Ti_3AlC_2$  наведено в таблиці. Твердість дорівнює  $\sim 10$  ГПа, що добре узгоджується з літературними даними [2].

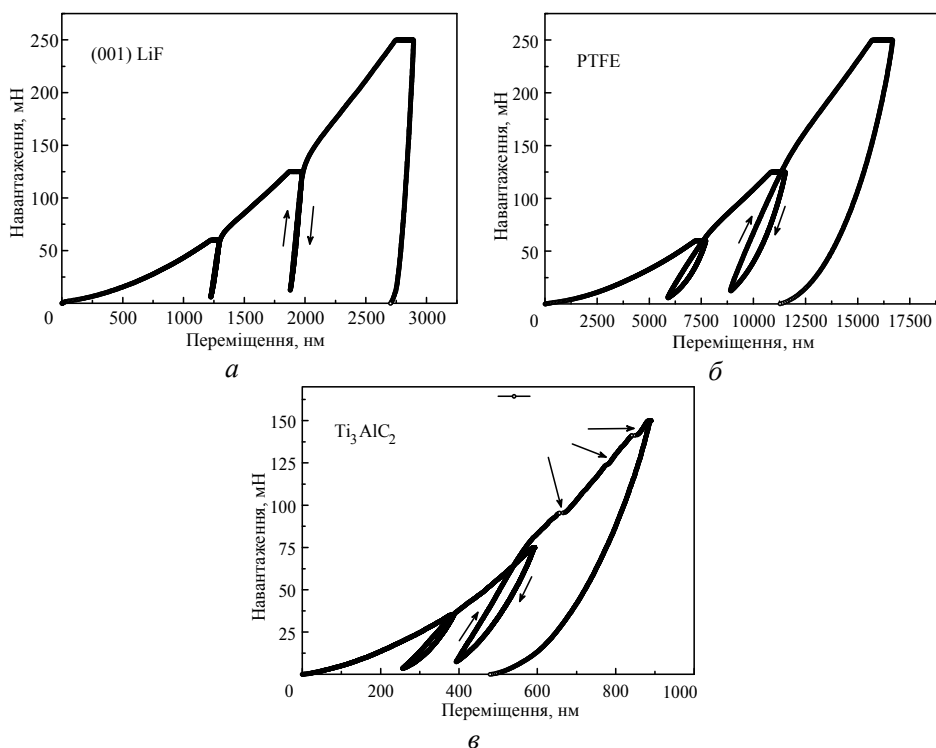


Рис. 3. Криві навантаження при циклічному наноіндентуванні монокристала LiF (а), полімеру PTFE (б) і МАХ-фази  $Ti_3AlC_2$  (в).

### Імпульсне навантаження індентора

Для визначення характеристик повзучості і в'язко-пружності авторами було проведено випробування з імпульсним навантаженням індентора. Спо-

чатку вивчали на прикладі LiF механічну поведінку пружно-пластичного матеріалу при швидкому навантаженні й розвантаженні індентора (рис. 4). Глибина відбитка на поверхні LiF продовжує зменшуватися, хоча і незначно, протягом 120 с після швидкого розвантаження. Відомо, що глибина відбитка в пружно-пластичному матеріалі після швидкої розвантаження індентора не змінюється. Тому зменшення глибини відбитка після розвантаження, що спостерігали, є наслідком теплового дрейфу (ТД) в приладі. ТД в приладі викликаний наступними обставинами. Сучасні нанотвердоміри виконують вимір переміщення індентора з точністю до часток нанометра. Висока чутливість приладу призводить до того, що навіть невеликі відмінності в температурі зразка й індентора викликають теплове подовження/скорочення довжини стержня індентора, які прилад реєструє як зміну глибини контакту. Існуючі способи урахування теплового розширення стержня індентора досить добре працюють при звичайних випробуваннях, тривалістю < 1 хв. Для цього робиться зупинка на 60 с після розвантаження індентора на 80 %. Вважається, що при витримці індентора при малому (20 % від максимального) навантаженні зміну глибини відбитка викликано тільки тепловим розширенням стержня індентора, що дозволяє визначати швидкість теплового розширення стержня індентора і вносити поправку в результати вимірювань [16]. При випробуваннях на повзучість індентор витримують під максимальним навантаженням протягом декількох хвилин/десятиків хвилин. В цьому випадку звичайна практика урахування ТД не працює. В [17] була запропонована складна і трудомістка методика обліку ТД при тривалих випробуваннях на нанотвердість. Авторами запропоновано набагато простіший спосіб. Переміщення після повного розвантаження для пружно-пластичного матеріалу не повинно залежати від часу [5, 11], тому значення ТД в приладі підбирали таким, щоб переміщення після повного розвантаження індентора не залежало від часу (див. рис. 4, б). Видно, що крива витримки індентора після розвантаження не залежить від часу при ТД рівному 0,11 нм/с (див. рис. 4, б, крива II). Виявляється, що LiF є пружно-пластичним матеріалом тільки в першому наближенні. Висока чутливість приладу дозволила виявити в ньому дуже слабку в'язко-пружну релаксацію на 4 нм (~ 0,1 % від максимальної глибини відбитка (див. рис. 4, б, рис. 5, а)) протягом перших 10 с після розвантаження. Для полімеру PTFE в'язко-пружна релаксація у відбитку після швидкої розванта

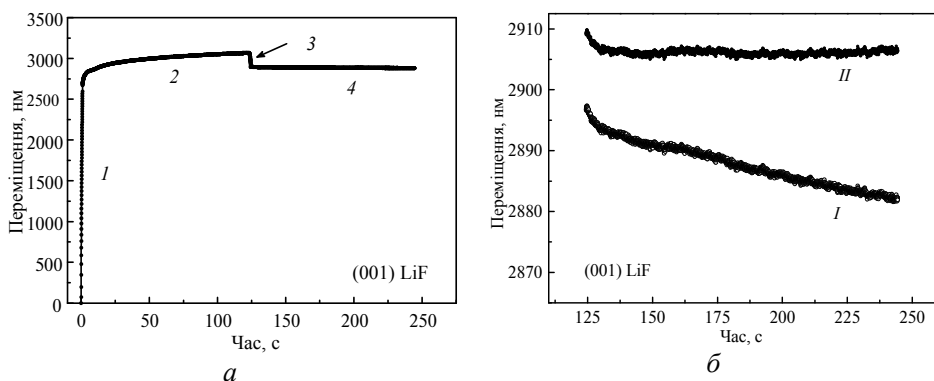


Рис. 4. Залежність переміщення індентора від часу при імпульсному навантаженні для монокристала LiF (а): 1 – навантаження індентора; 2 – витримка під максимальним навантаженням; 3 – розвантаження; 4 – зміна глибини відбитку після розвантаження; дані для ділянки 4 крупним планом (б): I – вихідні дані; II – після корекції теплового дрейфу у приладі.

ження індентора значно вища, глибина відбитка при витримці після розвантаження індентора зменшилася на  $\sim 3000$  нм, це  $\sim 17\%$  від максимальної глибини відбитка (див. рис. 5, б).

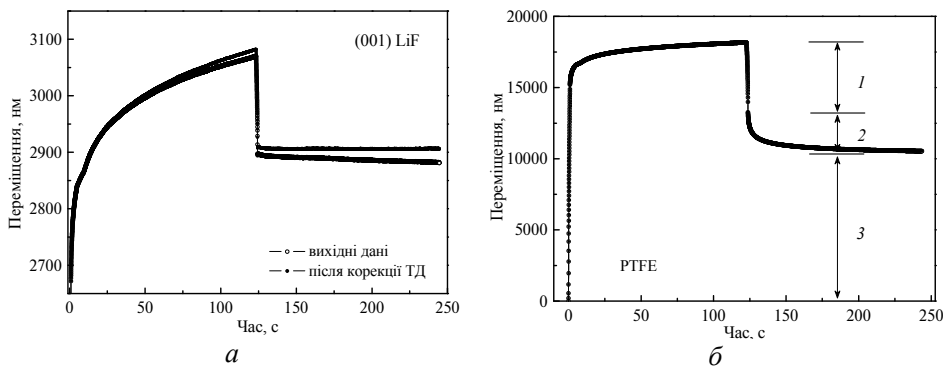


Рис. 5. Механічний відгук при наноіндентуванні у режимі імпульсного навантаження для пружно-пластичного (LiF) (а) і в'язко-пружно-пластичного (полімер PTFE) (б) матеріалів після урахування теплового дрейфу в приладі: пружна (1), в'язко-пружна (2) і пластична (3) деформація у контакті.

Результати випробувань зразків МАХ-фази  $Ti_3AlC_2$  при імпульсному навантаженні індентора показано на рис. 6, корекцію результатів випробувань на ТД в приладі проводили як зазначено вище. Для зразка  $Ti_3AlC_2$ , як і очікували для в'язко-пружного матеріалу, спостерігали помітну в'язко-пружну релаксацію на ділянці Hold 2.

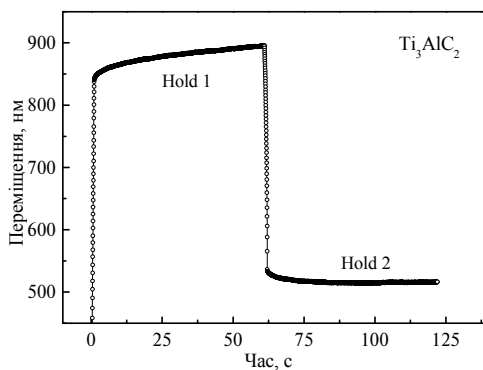


Рис. 6. Механічний відгук при наноіндентуванні у режимі імпульсного навантаження для зразка  $Ti_3AlC_2$  після урахування теплового дрейфу у контакті; сегменти Hold 1 і Hold 2 використовували для визначення характеристик повзучості та в'язко-пружності відповідно.

*Визначення характеристик повзучості.* Спочатку на прикладі монокристала LiF подивимося, як співвідносяться характеристики повзучості, отримані при наноіндентуванні, з тими, що дають звичайні методи випробування на повзучість при розтязі. Результати дослідження залежності переміщення індентора від часу витримки під максимальним навантаженням приведено на рис. 4 і 5, а. Видно, що при витримці індентора під максимальним навантаженням відбувається безперервне збільшення глибини відбитка. Спочатку приріст глибини йде відносно швидко, але потім швидкість впровадження зменшується і криву повзучості можна розділити на дві ділянки. На першій ділянці відбувається нестала (первинна) повзучість в контакті, потім відбува-

ється перехід до режиму усталеною (вторинної) повзучості. При наноіндентуванні рееструється три параметри – навантаження  $P$ , переміщення індентора  $h$  і час  $t$ . Тому для кривої повзучості можна знайти залежність швидкості деформації  $\dot{\epsilon}$  від напруження  $\sigma$  в контакті:

$$\dot{\epsilon} = \text{const } \sigma^m,$$

де коефіцієнт пропорційності й експонента напруження  $m$  є характеристиками повзучості. Швидкість деформації в контакті  $\dot{\epsilon}$  знаходили як

$$\dot{\epsilon} = \frac{1}{h} \frac{dh}{dt}.$$

Мірою напружень в контакті був середній контактний тиск (СКТ)

$$\text{СКТ}_i = \frac{P}{A_i}$$

де  $\text{СКТ}_i$  – поточне значення СКТ;  $P$  – навантаження на індентор;  $A_i$  – поточне значення площі контакту:

$$A_i \approx 24,56(h_c)_i^2,$$

де  $(h_c)_i$  – поточне значення глибини контакту під навантаженням. Поточне значення  $(h_c)_i$  знаходили за методом, запропонованим в [18].

Залежність швидкості деформації від напруження для монокристалу LiF показано на рис. 7. Добре видно ділянки несталої і сталої повзучості в контакті. Для визначення експоненти  $m$  вибирають ділянку сталої повзучості [19]. Експонента  $m$  на ділянці сталої повзучості в контакті для LiF дорівнює  $\sim 15$ . Тривалі випробування на одноосьовий розтяг дають для LiF значення експоненти  $m = 8$ . Тобто, при наноіндентуванні отримуємо більш високе значення експоненти  $m$ , ніж при тривалих випробуваннях при одноосьовому розтязі. Тут слід зазначити, що напружений стан при впровадженні індентора істотно відрізняється від того, яке виникає при одноосьовому розтязі всього зразка. Ймовірно, тому і немає повного збігу результатів. Подібну розбіжність між звичайними методами випробувань на повзучість і при наноіндентуванні спостерігали і в інших публікаціях [9]. Можливо також, що 2 хв витримки індентора під максимальним навантаженням ще недостатньо, щоб отримувати режим сталої повзучості. Для всієї кривої повзучості Hold 1 отримуємо експоненту  $m$ , що дорівнює 23, але це просто середнє значення для ділянок

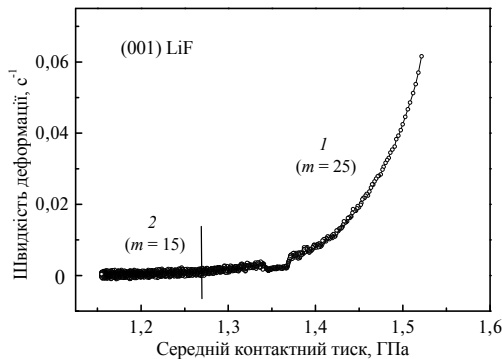


Рис. 7. Залежність швидкості деформації у контакті від середнього контактного тиску для монокристалу (001) LiF: ділянки несталої (1) і сталої (2) повзучості.

несталої й сталої повзучості в контакті (25 і 15 відповідно). Для ділянки сталої повзучості в контакті отримуємо  $m = 15,1$ . Це вже досить близько до того, що дає звичайний метод випробувань на повзучість.

На рис. 8 представлено залежність швидкості деформації від СКД на ділянці витримки індентора під навантаженням для зразка  $Ti_3AlC_2$ , для всієї кривої повзучості експонента  $m$  дорівнює 28,7:

$$\dot{\epsilon} = 1,140 \cdot 10^{-33} \sigma^{28,7},$$

а для ділянки сталої повзучості  $Ti_3AlC_2$   $m$  дорівнює 20,1:

$$\dot{\epsilon} = 1,299 \cdot 10^{-24} \sigma^{20,1}.$$

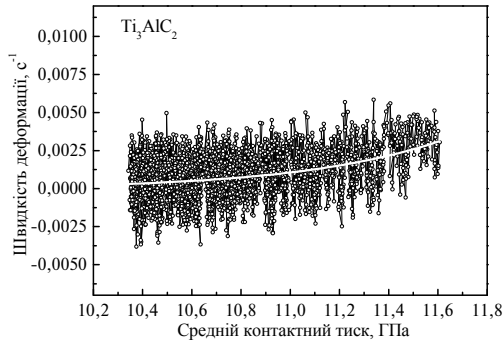


Рис. 8. Залежність швидкості деформації від СКД на ділянці сталої повзучості для зразка  $Ti_3AlC_2$ ,  $m = 20,1$ .

У більш ранній роботі для МАХ-фаз було отримано набагато більш високе значення показника експоненти  $m - \sim 100$  [3]. Причина такої розбіжності – мала тривалість ділянки Hold 1 (10 с), режим сталої повзучості ще не почався в тих експериментах. Крім того, отримання завищених значень експоненти сприяла низька швидкість реєстрації даних – тільки три виміри в секунду, а також високий вміст карбіду титану в зразках МАХ-фаз в [3]. Все це призвело до отримання завищених даних за характеристиками повзучості.

**В'язко-пружність.** В'язко-пружні матеріали займають проміжне положення між пружними твердими тілами, деформація яких є пропорційна доданої силі, і в'язкими рідинами, для яких аналогічна залежність справедлива вже тільки для швидкості деформації  $d\epsilon/dt$ . У разі в'язко-пружного матеріалу механічний відгук на зовнішній вплив (в нашому випадку – прикладання механічної сили) стає залежним від часу. Аналіз такого відгуку дозволяє виділити три компоненти деформації: (1) пружну компоненту  $\epsilon_e$ , швидкість зміни якої аналогічна швидкості зміни прикладеної сили (ця компонента є зворотною); (2) в'язко-пружну компоненту  $\epsilon_r$ , швидкість якої визначається релаксаційними процесами в зразку (є зворотною і характеризується часом релаксації  $\tau$ ); (3) пластичну компоненту  $\epsilon_p$ , яка характеризує залишкову деформацію зразка, тобто, є незворотною в часі. Загальну глибину відбитка при імпульсному впливі можна представити у вигляді

$$h = h_e + h_r + h_p,$$

де  $h_e$  – пружне відновлення відбитка, що залежить від модуля пружності матеріалу;  $h_r$  – в'язко-пружне відновлення відбитка, що залежить від релаксаційних властивостей;  $h_p$  – залишкова глибина відбитка, обумовлена пластичною деформацією матеріалу за час навантаження (див. рис. 5, б). Для звичай-



них пружно-пластичних матеріалів в'язко-пружна компонента переміщення мізерно мала (див. рис. 5, а). В'язка (релаксацийна) складова переміщення індентора при імпульсній методиці наноіндентування може бути представлена у вигляді [5]

$$h_r = h_0 + h_{r.\max} e^{(-t/\tau)},$$

де  $h_0$  – мінімальна глибина, до якої релаксує відбиток ( $h_0 = h_p$ );  $h_{r.\max}$  – максимальне релаксацийне відновлення глибини відбитка,  $t$  – час;  $\tau$  – це час, за який глибина відбитка зменшується в  $e$  раз, де  $e$  – число Ейлера ( $e = 2,718\dots$ ). Цю величину називають часом релаксації. Аналіз релаксацийної кривої для МАХ-фази наведено на рис. 9. Результати визначення часу релаксації для зразків  $Ti_3AlC_2$  і LiF наведено у таблиці. Час релаксації для МАХ-фази мало відрізняється від того, що отримано для зразка LiF і істотно нижче, ніж для полімеру.

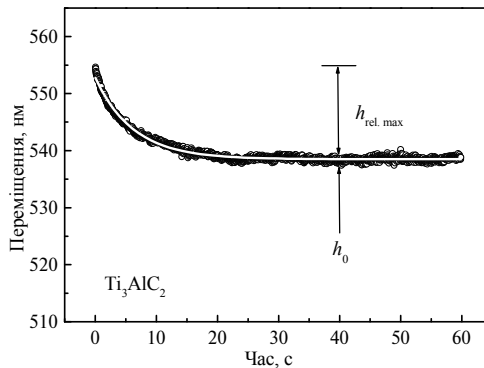


Рис. 9. Ділянка релаксації в'язко-пружної деформації у контакті (Hold 2) для зразка  $Ti_3AlC_2$  та його апроксимація:  $h_0 = 548 \pm 25$  нм,  $h_{rel.\max} = 13,3 \pm 1,2$  нм,  $\tau = 6,3 \pm 1,3$  с.

### Механічні властивості (твердість $H$ , модуль пружності $E$ , експонента $m$ і час релаксації $\tau$ ) МАХ-фази $Ti_3AlC_2$ (для порівняння приведено результати для зразка LiF)

Зразок	$E$ , ГПа	$H$ , ГПа	$H/E$	$m$	$\tau$
(001) LiF	$119 \pm 5$	$1,61 \pm 0,05$	0,014	15,1	5,0
$Ti_3AlC_2$	$200 \pm 11$	$10,1 \pm 0,8$	0,051	20,1	6,3

Для аморфних матеріалів і полімерів внесок в'язко-пружної складової в загальний механічний відгук зразка значний. Однак для кристалічних матеріалів (металів, кераміки) в'язко-пружні компоненти деформації, як правило, дуже малі в порівнянні з пластичною деформацією. Що і бачимо на прикладі LiF. Виняток – монокристал цинку [20], для якого спостерігали помітну в'язко-пружність при механічних випробуваннях.

### ВИСНОВКИ

Порівняльні випробування МАХ-фази  $Ti_3AlC_2$ , звичайного пружно-пластичного (LiF) і в'язко-пружного (органічний полімер) матеріалів виявили особливості механічної поведінки наноламінантних матеріалів – при циклічному навантаженні індентора для фази  $Ti_3AlC_2$  спостерігається утворення замкнутої петлі гістерезису, викликане запізненням пружної деформації від прикладених напружень (в'язко-пружність), що зумовлює помітне розсію-

вання енергії при циклічному навантаженні індентора. Визначено характеристики повзучості  $Ti_3AlC_2$ . Показано, що за механічною поведінкою МАХ-фаза  $Ti_3AlC_2$  схожа на органічні і неорганічні полімери й графіт, однак для МАХ-фази твердість і модуль пружності набагато вищі, ніж для полімерів і графіту.

S. N. Dub<sup>1</sup>, A. I. Tyurin<sup>2</sup>, T. A. Prikhna<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Bakul Institute for Superhard Materials,

National Academy of Science of Ukraine, Kyiv, Ukraine

<sup>2</sup>Derzhavin Tambov State University, Tambov, Russian Federation

Creep and viscoelasticity of  $Ti_3AlC_2$  MAX phase at room temperature

*The results of comparative nanoindentation of  $Ti_3AlC_2$  MAX phase (nanolayered material), (001) LiF single crystal (elastic-plastic material), and PTFE polymer (viscoelastic-plastic material) are presented. With quasi-static nanoindentation, the hardness and elastic modulus of the samples were determined and significant dissipation of elastic energy for  $Ti_3AlC_2$  MAX phase under cyclic loading was revealed (typical for other nanolayered materials - graphite, high-temperature superconductors). To determine the characteristics of the viscoelasticity of the MAX phase, registration of the change in the indentation depth within 60 s after fast unloading was used. The relaxation time for the MAX phase was determined for the first time. The rapid unloading of the indenter also made it possible to separate the strain components (elastic, viscoelastic, and plastic) in nanocontact for these materials. While for LiF the fraction of viscoelastic deformation in the total deformation in the contact is negligible (~0.1%), for the  $Ti_3AlC_2$  MAX phase and PTFE polymer it is noticeably higher and is equal to ~1% and ~17%, respectively.*

**Keywords:** MAX-phase, nanoindentation, creep, viscoelasticity.

1. El-Raghy T., Zavaliangos A., Barsoum M.W., Kalidindi S.R. Damage mechanisms around hardness indentations in  $Ti_3SiC_2$ . *J. Am. Ceram. Soc.* 1997. Vol. 80. P. 513–16.
2. Kooi B.J., Poppen R.J., Carvalho N.J.M., De Hosson J.Th.M., Barsoum M.W.  $Ti_3SiC_2$ : A damage tolerant ceramic studied with nanoindentations and transmission electron microscopy. *Acta Mater.* 2003. Vol. 51. P. 2859–2872.
3. Prikhna T.A., Dub S.N., Starostina A.V., Karpets M.V., Cabiosh T., Chartier P. Mechanical properties of materials based on MAX phases of the Ti–Al–C system. *J. Superhard Mater.* 2012. Vol. 34. P. 102–109.
4. Novikov N.V., Dub S.N., Milman Yu.V. Application of nanoindentation method in study of phase transformation of semiconductor-metal in silicon. *Sverkhтвердые Материалы*. 1996. No. 3. P. 36–45.
5. Dub S.N., Trunov M.L. Determination of viscoelastic material parameters by step-loading nanoindentation. *J. Phys. D: Appl. Phys.* 2008. Vol. 41, art. 074024.
6. Gogotsi Yu.G., Domnich V., Dub S.N., Kailer A., Nickel K.G. Cyclic nanoindentation and Raman microspectroscopy study of phase transformations in semiconductors. *J. Mater. Res.* 2000. Vol. 15. P. 871–879.
7. Chudoba T., Richter F. Investigation of creep behaviour under load during indentation experiments and its influence on hardness and modulus results. *Surf. Coat. Technol.* 2001. Vol. 148. 191–198.
8. Goodall R., Clyne T.W. A critical appraisal of the extraction of creep parameters from nanoindentation data obtained at room temperature. *Acta Mater.* 2006. Vol. 54. P. 5489–5499.
9. Storer S.C., Fitzpatrick M.E., Hainsworth S.V., Rist M.A. Experimental study of room-temperature indentation viscoplastic ‘creep’ in zirconium. *Phil. Mag.* 2016. 96. P. 2547–2563.
10. Yang Shuang, Zhang Yong-Wei, Zeng Kaiyang. Analysis of nanoindentation creep for polymeric materials. *J. Appl. Phys.* 2004. Vol. 95. P. 3655–3666.
11. Mencik Jaroslav, He Li Hong, Nemecek Jiri Characterization of viscoelastic-plastic properties of solid polymers by instrumented indentation. *Polymer Testing*. 2011. Vol. 30. P. 101–109.

12. Ngan A.H.W., Tang B. Viscoelastic effects during unloading in depth-sensing indentation. *J. Mater. Res.* 2002. Vol. 17. P. 2604–2610.
13. Iwashita N., Field J.S., Swain M.V. Indentation hysteresis of glassy carbon materials. *Phil. Mag. A.* 2002. Vol. 82. P. 1873–1881.
14. Sakai M., Nakano Y. Instrumented pyramidal and spherical indentation of polycrystalline graphite. *J. Mater. Res.* 2004. Vol. 19. P. 228–236.
15. Anand Murugaiah. Nanoindentations in kinking nonlinear elastic solids. Ph.D. thesis, Materials Science and Engineering, Drexel University, USA, May 2004.
16. 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. Vol. 7. P. 1564–1583.
17. Liu Y., Hay J., Wang H., Zhang X. A new method for reliable determination of strain-rate sensitivity of low-dimensional metallic materials by using nanoindentation. *Scripta Mater.* 2014. Vol. 77. P. 5–8.
18. Dub S., Novikov N., Milman Yu. The transition from elastic to plastic behaviour in Al–Cu–Fe quasicrystal studied by cyclic nanoindentation. *Phil. Mag. A.* 2002. Vol. 82. P. 2161–2172.
19. Su Caijun, Herbert Erik G., Sohn Sangjoon, LaManna James A., Warren Oliver C., Pharr George M. Measurement of power-law creep parameters by instrumented indentation methods. *J. Mech. Phys. Solids.* 2013. Vol. 61. P. 517–536.
20. Piela K. Mechanism of quasi-viscous flow of zinc single crystals. *Int. J. Mat. Res. (formerly Z. Metallkd).* 2006. Vol. 97. P. 1273–1278.

Надійшла до редакції 28.05.20

Після доопрацювання 28.05.20

Прийнята до опублікування 10.06.20