

БЕЛОРУССКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ

УДК 681.2.08; 539.56; 539.533

ЛАПИЦКАЯ
Василина Александровна

**КОНТРОЛЬ ТРЕЩИНОСТОЙКОСТИ КЕРАМИЧЕСКИХ
МАТЕРИАЛОВ И ПОКРЫТИЙ С ПРИМЕНЕНИЕМ
АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ И НАНОИНДЕНТИРОВАНИЯ**

Автореферат диссертации
на соискание ученой степени кандидата технических наук
по специальности 05.11.01 – приборы и методы измерения

Минск, 2022

Работа выполнена в Государственном научном учреждении «Институт тепло- и массообмена имени А. В. Лыкова Национальной академии наук Беларуси».

Научный руководитель: **Чижик Сергей Антонович**,
академик, доктор технических наук, профессор, заведующий лабораторией нанопроцессов и технологий Государственного научного учреждения «Институт тепло- и массообмена имени А. В. Лыкова Национальной академии наук Беларуси»

Официальные оппоненты: **Крень Александр Петрович**,
доктор технических наук, заведующий лабораторией контактно-динамических методов контроля Государственного научного учреждения «Институт прикладной физики Национальной академии наук Беларуси»;

Голосов Дмитрий Анатольевич,
кандидат технических наук, доцент, доцент кафедры электронной техники и технологии, ведущий научный сотрудник Центра 9.1 НИЧ БГУИР, Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники

Оппонирующая организация Государственное научное учреждение «Физико-технический институт Национальной академии наук Беларуси»

Защита состоится «23» июня 2022 г. в 14¹⁵ на заседании совета по защите диссертаций Д 02.05.17 при Белорусском национальном техническом университете по адресу: 220013, г. Минск, проспект Независимости, 65, корп. 1, ауд. 202. Телефон ученого секретаря: +375 (17) 293 96 18, e-mail: D.02.05.17@bntu.by.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Белорусского национального технического университета.

Автореферат разослан «19» 05 2022 г.

Ученый секретарь Совета
по защите диссертаций
кандидат технических наук



Ризноокая Н. Н.

© Лапицкая В. А., 2022

© Белорусский национальный
технический университет, 2022

ВВЕДЕНИЕ

При изготовлении деталей и устройств в таких отраслях промышленности как машино- и приборостроение, при производстве микротехники в настоящее время предъявляются повышенные требования к качеству применяемых материалов и комплексу их свойств. Такие материалы должны обладать высоким уровнем физико-механических свойств и в нормальных, и в экстремальных условиях эксплуатации (при высокой температуре и нагрузках, в агрессивных средах и др.). Стремление к повышению твердости изготавливаемых деталей и устройств неизбежно приводит к снижению их вязкости разрушения или трещиностойкости. Контроль вязкости разрушения материалов с целью расширения направлений их использования очень важен и актуален. Одной из основных задач является повышение прочности, уменьшение вероятности внезапного хрупкого разрушения и появления сколов или даже разрушения детали.

Существует большое количество методов определения трещиностойкости (вязкости разрушения), однако, все они имеют ограниченное использование из-за сложности либо невозможности подготовки исследуемых образцов, и являются экономически невыгодными. Поэтому на смену сложным методам пришел метод индентирования. Он заключается в исследовании области деформации и образованных трещин на поверхности материала после индентирования с последующим определением вязкости разрушения.

Обычно при использовании метода индентирования для определения вязкости разрушения используют большие нагрузки на индентор: от 1 Н и выше, которые не применимы к отдельным фазам материала, покрытиям, элементам микроэлектромеханических систем. Поэтому стоит задача разработать методики для определения вязкости разрушения хрупких твердых материалов и покрытий методом индентирования, которые позволят измерять вязкость разрушения при малых нагрузках (от 0,01 до 0,5 Н).

Традиционно для количественного определения длины трещин после воздействия индентора используется оптическая (ОМ) и сканирующая электронная микроскопия (СЭМ). Применение метода атомно-силовой микроскопии (АСМ) для точного детектирования параметров картин деформации и определения вида трещин вокруг отпечатка позволит изучать структуру поверхности с вертикальным разрешением до сотых долей нанометра, выявлять тонкие особенности деформации, дислокаций на поверхности и разрушения материала, не определяемые ни ОМ, ни СЭМ. АСМ является единственным прямым высокоразрешающим методом с пространственной трехмерной визуализацией, позволяющий расширить применение метода индентирования с малыми нагрузками (0,01–0,5 Н). Именно этот диапазон подходит для определения характеристик отдельных фаз в материале. Применение малых нагрузок при индентировании вызывает другой тип деформации со своей

особенностью течения дислокаций и нуждается в подборе соответствующих моделей деформации.

Диссертационная работа посвящена разработке методик определения вязкости разрушения методом индентирования с визуализацией области деформации и образующих трещин при помощи атомно-силовой микроскопии для твердых хрупких материалов и покрытий с учетом факторов, позволяющих уменьшить погрешность определения вязкости разрушения.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Связь работы с крупными научными программами и темами

Тема диссертации соответствует приоритетному направлению научно-технической деятельности в Республике Беларусь на 2016–2020 гг., утвержденному Указом Президента Республики Беларусь от 22 апреля 2015 г. № 166: п. 6, приоритетному направлению научных исследований Республики Беларусь на 2016–2020 гг., утвержденному Постановлением Совета Министров Республики Беларусь от 12 марта 2015 г. № 190: п. 12. «Междисциплинарные исследования» и п. 8. «Многофункциональные материалы и технологии», и приоритетному направлению научной, научно-технической и инновационной деятельности на 2021–2025 гг., утвержденному Указом Президента Республики Беларусь от 07 мая № 156: п. 4 «Машиностроение, машиностроительные технологии, приборостроение и инновационные материалы: композиционные и многофункциональные материалы; наноматериалы и нанотехнологии, нанодиагностика».

Диссертационная работа выполнялась в рамках ГПНИ «Энергетические системы, процессы и технологии» задание 2.6 (2016–2018 г., гос. рег. № 20160502), «Энергетические и ядерные процессы и технологии» задание 2.3 (2021–2025 г., гос. рег. № 20210059), а также проектов ГКНТ(БРФФИ)-Китай № Т17КИГ-009 (2017–2018 г., гос. рег. № 20171347), БРФФИ Наука № Ф17-118 (2017–2019 г., гос. рег. № 20171019) и БРФФИ Наука М № Ф20М-083 (2020–2022 г., гос. рег. № 20201014).

Цель и задачи исследования

Цель работы – совершенствование метода контроля трещиностойкости керамических материалов и покрытий индентированием в диапазоне нагрузок от 0,01 до 5,5 Н и разработка методик определения трещиностойкости с требуемой погрешностью, и применение их для контроля трещиностойкости материалов микроэлектроники и микросенсорики.

Для достижения поставленной цели потребовалось решить **следующие задачи:**

– провести сравнение погрешности определения параметров отпечатка индентирования и длин трещин методами оптической, сканирующей электронной и атомно-силовой микроскопий;

– оценить влияние определения длины и вершины трещины при их визуализации методом атомно-силовой микроскопии на критический коэффициент интенсивности напряжений K_{IC} ;

– провести исследования по влиянию математической модели расчета на величину K_{IC} , а также корректности моделей во всем диапазоне применяемых нагрузок;

– установить степень влияния метода измерения микротвердости материала на значения K_{IC} ;

– разработать методики определения трещиностойкости твердых хрупких материалов и тонких покрытий методом индентирования и наноиндентирования с визуализацией отпечатков при помощи атомно-силовой микроскопии;

– установить зависимость значений K_{IC} от состояния поверхности, ориентации и анизотропии монокристаллов, вида подслоя в покрытии.

Объект исследования – трещиностойкость (вязкость разрушения) твердых хрупких материалов, в том числе композиционных, и тонких покрытий.

Предмет исследования – погрешность определения критического коэффициента интенсивности напряжений K_{IC} , характеризующего трещиностойкость.

Научная новизна

Научная новизна работы заключается в следующем:

– разработана методика определения трещиностойкости методом индентирования с визуализацией отпечатков при помощи атомно-силовой микроскопии. Оптическая и сканирующая электронная микроскопии не позволяют выявить трещины с шириной раскрытия меньшей, чем их разрешающая способность, а также с вертикальным раскрытием;

– предложено проводить определение значений микротвердости исследуемого материала методом наноиндентирования с использованием нагрузок до 5 мН с контролем трещинообразования в отпечатке. По сравнению с методом индентирования Виккерсом, метод наноиндентирования исключает образование трещин в материале. Метод наноиндентирования позволяет уменьшить погрешность определения микротвердости на 25–38 %;

– установлено, что расчет K_{IC} по математическим моделям, не зависящим от нагрузки, включающих параметры, характеризующих физико-механические свойства исследуемого материала и область деформации, сохраняют корректность и неизменность во всем диапазоне нагрузок (от 0,01 до 5,5 Н);

– установлено, что использование АСМ-профилей на малых полях сканирования (от 500 нм² и ниже) при высоком разрешении (512 × 512 точек и выше) для определения начала (вершины) трещины позволило уменьшить погрешность определения длины трещины на 4–5 %;

– применена разработанная методика определения трещиностойкости к отдельным фазам в материале с использованием низких нагрузок при индентировании

и атомно-силовая микроскопия в качестве метода визуализации. Разработанная методика использовалась для корректировки параметров технологического процесса изготовления многофазной карбидокремниевой керамики Si-SiC за счет определения K_{IC} для каждой фазы в керамике и выявления слабых в отношении K_{IC} фаз и фаз, наиболее чувствительных к изменению параметров в технологии изготовления, а также определение трещиностойкости для образцов с учетом объемного содержания каждой из фаз;

– разработана методика определения K_{IC} методом наноиндентирования с визуализацией отпечатков при помощи атомно-силовой микроскопии для тонких хрупких покрытий, которая позволила достоверно определять вид деформации покрытий в зависимости от мягкого или твердого подслоев.

Положения, выносимые на защиту

1. Критерий выбора математической модели процесса хрупкого разрушения, адекватно характеризующей трещиностойкость керамических материалов и покрытий, заключающийся в экспериментальном определении критического коэффициента интенсивности напряжений K_{IC} на основе различных моделей при изменении нагрузки от 0,01 до 5,5 Н и выборе модели с максимальным отношением значений K_{IC} при больших (от 1,0 до 5,5 Н) и малых (от 0,01 до 0,5 Н) значениях нагрузки, что позволяет разрабатывать методики измерения параметров трещиностойкости (K_{IC} и микротвердости) с требуемой погрешностью при малых нагрузках и распространить их на контроль трещиностойкости материалов микроэлектроники и микросенсорике (кремний, кварц, стекло, алмазоподобные и алюмоциркониевые покрытия).

2. Методика определения трещиностойкости хрупких материалов, основанная на создании методом индентирования серии механических напряжений поверхности при изменении нагрузки от 0,01 до 5,5 Н с доведением до образования трещин и анализа геометрических параметров трещин и отпечатков, отличающаяся тем, что за счет применения метода атомно-силовой микроскопии и анализа трёхмерных изображений позволяет выявить нераскрытые трещины, достоверно определять тип и длину трещин, снизить погрешность определения критического коэффициента интенсивности напряжений K_{IC} в 2–6 раз по сравнению с оптической и сканирующей электронной микроскопией и расширить область применения метода индентирования на прецизионные поверхности, элементы микроэлектроники, материалы со сложным фазовым составом.

3. Методика определения вязкости разрушения карбидокремниевой многофазной керамики, основанной на методе индентирования, заключающейся в определении E , H и K_{IC} для каждой отдельной фазы в материале и расчет итогового коэффициента с учетом объемной доли каждой фазы в керамике, что позволило снизить погрешность определения вязкости разрушения образцов на 9 % относительно значения K_{IC} без учета отдельных фаз и выбрать технологический режим для получения материала с наивысшим K_{IC} в своем классе.

Личный вклад соискателя ученой степени

Выносимые на защиту результаты работы получены автором лично. Совместно с кандидатом технических наук, доцентом Т. А. Кузнецовой и научным руководителем академиком НАН Беларуси, доктором технических наук, профессором С. А. Чижиком автор принимал участие в постановке задач диссертационных исследований, планировании и проведении экспериментов, анализе полученных результатов и формулировании выводов. Автором предложены и разработаны методики определения трещиностойкости методом индентирования и наноиндентирования, проведены комплексные экспериментальные исследования физико-механических свойств и трещиностойкости материалов, применены разработанные методики для определения вязкости разрушения и корректировки параметров технологического процесса для алюмооксидного покрытия и многофазной карбидокремниевой керамики.

Образцы материалов различных классов предоставлены для исследований и апробации разработанных методик определения вязкости разрушения соавторами публикаций: д. ф.-м. н. Гринчуком П.С. (образцы карбидокремниевой керамики Si-SiC), к. т. н., доц. Худолеем А. Л. (образцы кварцевых пластин), к. т. н. Комаровым А. И. (образцы с алюмооксидным и алюмоциркониевым покрытиями) и д. т. н., проф. Рогачевым А. А. (образцы тонких алмазоподобных покрытий).

Апробация диссертации и информация об использовании ее результатов

Материалы диссертации представлены в качестве докладов и тезисов на 8-м Международном коллоквиуме по микротрибологии (г. Варшава, Республика Польша, 2017 г.); XIII Международной конференции «Методологические аспекты сканирующей зондовой микроскопии» (г. Минск, Республика Беларусь, 2018 г.); XXIII Международном симпозиуме «Нанозлектроника и нанозлектроника» (г. Нижний Новгород, Российская Федерация, 2019 г.); 14-й Международной конференции «Пленки и покрытия – 2019» (г. Санкт-Петербург, Российская Федерация, 2019 г.); VIII МНТК «Полимерные композиты и трибология – 2019» (г. Гомель, Республика Беларусь, 2019 г.); 11-м симпозиуме по вакуумной науке и технологиям (г. Колобжег, Республика Польша, 2019 г.); LXII Международной конференции «Актуальные проблемы прочности» (г. Витебск, Республика Беларусь, 2020 г.); 14-й МНТК «Приборостроение – 2021» (г. Минск, Республика Беларусь, 2021 г.). Результаты диссертации использованы в Институте тепло- и массообмена имени А. В. Лыкова НАН Беларуси, Объединенном институте машиностроения НАН Беларуси, на ОАО «ИНТЕГРАЛ» – управляющая компания холдинга «ИНТЕГРАЛ» и на кафедре «Микро- и нанотехника» приборостроительного факультета Белорусского национального технического университета.

Опубликование результатов диссертации

Основные результаты диссертации опубликованы в 17 научных работах (общим объемом 10,06 авторского листа), в том числе: 8 статей в рецензируемых научных журналах (всего 7,95 авторского листа), 1 статье в научном издании (0,83 авторского листа), 2 докладах и 6 тезисах докладов в сборниках научных трудов научно-технических конференций (всего 1,29 авторского листа).

Структура и объем диссертации

Диссертационная работа состоит из введения, четырех глав, заключения, списка литературы и семи приложений. Полный объем диссертации 171 страница, в том числе 64 рисунка и 28 таблиц на 34 страницах. Библиографический список содержит 108 наименований. Список собственных публикаций содержит 17 наименований. Приложения изложены на 29 страницах.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во **введении** диссертационной работы обосновывается актуальность темы диссертации, определены направления диссертационного исследования.

В **первой главе** рассмотрено понятие трещиностойкости (вязкости разрушения) твердых хрупких материалов и параметр, количественно ее характеризующий – критический коэффициент интенсивности напряжений K_{IC} . Проанализирована и описана связь K_{IC} с энергией распространения трещины G_{IC} и удельной поверхностной энергией γ материала. Рассмотрены методы определения K_{IC} и показано, что одним из наиболее перспективных методов определения K_{IC} материалов является метод индентирования, который возможно применять для материалов и покрытий, для оценки характеристик малых объектов, отдельных фаз в материале и отдельных элементов микроэлектромеханических систем. Особое внимание уделено виду трещин (рисунок 1) и формулам расчета K_{IC} .

В зависимости от соотношения длины трещины c , измеренной из центра отпечатка, к длине полудиагонали отпечатка индентирования a определяют вид образованных трещин (рисунок 1). Описан энергетический метод определения K_{IC} для покрытий с применением наноиндентирования.

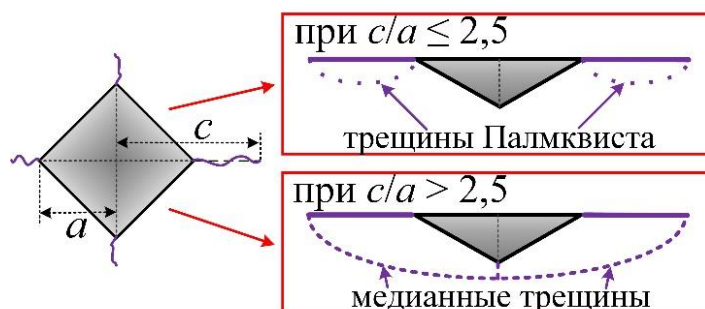


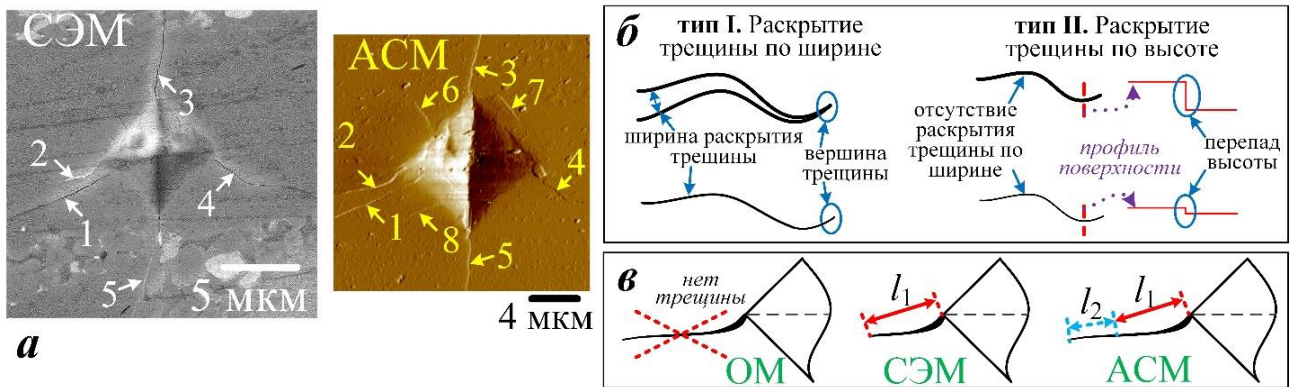
Рисунок 1 – Виды трещин при индентировании

Во второй главе рассмотрены основные факторы, влияющие на погрешность определения K_{IC} хрупких твердых материалов методом индентирования, определена величина погрешностей, которые вносят каждый из факторов. Проведен сравнительный анализ трёх методов визуализации области деформации на образце карбидокремниевой керамики: ОМ, СЭМ и АСМ (рисунок 1).

Таблица 1 – Разрешающая способность и погрешности методов визуализации

Вид	Разрешающая способность, нм	Погрешность при определении, %	
		d	l
ОМ	не менее 250	до 9,0	до 100
СЭМ	не менее 1,0	до 2,3	до 67,0
АСМ	не менее 0,2 (по XY), не менее 0,03 (по Z)	до 2,0	

При сравнении методов визуализации установлено, что достоверность определения параметров отпечатка индентирования и длины трещин l ограничена разрешающей способностью S методов (таблица 1).



а – СЭМ и АСМ-изображения отпечатка (нагрузка 2,0 Н); **б** – типы трещин по раскрытию; **в** – определение l трещины (на примере трещины № 2 на рисунке 2, а)
Рисунок 2 – Сравнение методов визуализации и типов трещин по раскрытию

Атомно-силовая микроскопия позволяет уменьшить погрешность определения длины диагонали d отпечатка индентирования на 9 % по сравнению с оптической микроскопией и на 2,3 % по сравнению со сканирующей электронной микроскопией. Оптика позволяет выявить только те трещины, ширина раскрытия которых больше, чем ее S (рисунок 2, а). Трещины, с раскрытием меньше 250 нм или с раскрытием по высоте (рисунок 2, б, в) оптической микроскопией не выявляются. В СЭМ визуализируются трещины, имеющие раскрытие (не менее 1,0 нм) или большой перепад по высоте без раскрытия (рисунок 2, а, б). Установлено, что ОМ приводит к погрешности определения l трещины в 46–100 %, а СЭМ – к 24–67 % по сравнению с АСМ (таблица 1, рисунок 2, в). Неверное определение l и d приводит к ошибке в выборе типа образующихся трещин (трещины Палмквиста или медианные трещины) и к неправильному выбору модели расчета для определения вязкости разрушения, что приводит к разнице в значениях K_{IC} в 2–6 раз.

Установили, как влияет математическая модель расчета K_{IC} , значения микротвердости, погрешность определения длины и вершины трещины на величину K_{IC} . В качестве образцов использовали пластины кремния ориентаций (100), (110), (111), пластины кварца АТ-среза после химико-механической (ХМП) и магнитореологической полировок (МРП) и стекло (покровное и предметное). Для исследования указанных выше факторов предварительно исследовали морфологию поверхности образцов и их физико-механические свойства. При существующем множестве математических моделей расчета K_{IC} по методу индентирования установлено, что по большинству моделей невозможно корректно определить вязкость разрушения исследуемого материала, в особенности при малых нагрузках индентирования (0,01–0,5 Н). Установлено, что отклонения от действительных значений вязкости разрушения 12–74 % (таблица 2) дают математические модели расчета, пропорционально зависящие от нагрузки (рисунок 3).

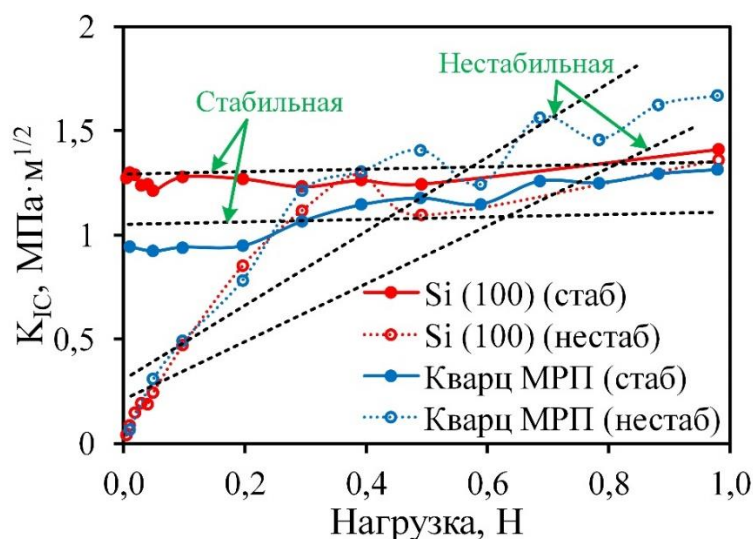


Рисунок 3 – Критерий применимости математических моделей для определения K_{IC}

В результате установлены модели (1) и (2), которые показывают максимальное отношение значений K_{IC} при больших (от 1,0 до 5,5 Н) и малых (от 0,01 до 0,5 Н) значениях нагрузки (рисунок 3) значений K_{IC} и отклонение от действительного значения меньше 10 %. Выбор модели расчета и вида трещин зависит от соотношения c/a : если $c/a \leq 2,5$ (трещины Палмквиста), то расчет проводят по формуле (1), а если $c/a > 2,5$ (медианные трещины), то расчет проводят по формуле (2):

$$K_{IC} = 0,048 \cdot \left(\frac{l}{a}\right)^{-\frac{1}{2}} \cdot \left(\frac{H}{E\Phi}\right)^{-\frac{2}{5}} \cdot \left(\frac{Ha^2}{\Phi}\right)^{\frac{1}{5}}, \quad (1)$$

$$K_{IC} = 0,129 \cdot \left(\frac{c}{a}\right)^{-\frac{3}{2}} \cdot \left(\frac{H}{E\Phi}\right)^{-\frac{2}{5}} \cdot \left(\frac{Ha^2}{\Phi}\right)^{\frac{1}{5}}. \quad (2)$$

Здесь l и c – длины трещин возле и из центра отпечатка соответственно; H и E – микротвердость и модуль упругости; Φ – константа, показатель реакции связи в кристаллической решетке, $\Phi \approx 3$.

Таблица 2 – Средние полученные значения (Π) вязкости разрушения K_{IC} по шести выбранным моделям и их отклонения в процентах от действительных значений (Δ)

Si (100)			Кварц после МРП			Стекло предметное		
K_{IC} , МПа·м ^{1/2}		%	K_{IC} , МПа·м ^{1/2}		%	K_{IC} , МПа·м ^{1/2}		%
Δ	Π		Δ	Π		Δ	Π	
1,20±0,05	0,59±0,11	50,9	1,40±0,21	1,15±0,51	17,5	1,42±0,03	1,97±0,47	37,48
	0,74±0,22	38,0		1,57±0,69	11,9		2,15±0,04	50,25
	1,20±0,05	0,0		1,40±0,17	0,0		1,42±0,03	0,0
	0,38±0,07	68,1		0,88±0,38	37,3		1,06±0,30	25,88
	1,23±0,07	2,5		1,33±0,15	4,7		1,39±0,01	2,46
	0,31±0,13	74,3		0,46±0,21	67,2		0,60±0,17	57,70

При сравнении двух методов измерения микротвердости H : метода индентирования по Виккерсу и наноиндентирования (таблица 3) установлено, что наноиндентирование (НИ) за счет применения малых нагрузок (до 5 мН) исключает образование трещин в материале и вся приложенная энергия расходуется на образование отпечатка. При определении микротвердости установлено, что метод по Виккерсу вносит погрешность 25–38 %, что приводит к погрешности определения K_{IC} 16–23 % (таблица 3).

Таблица 3 – Микротвердость, определенная двумя методами и их влияние на K_{IC}

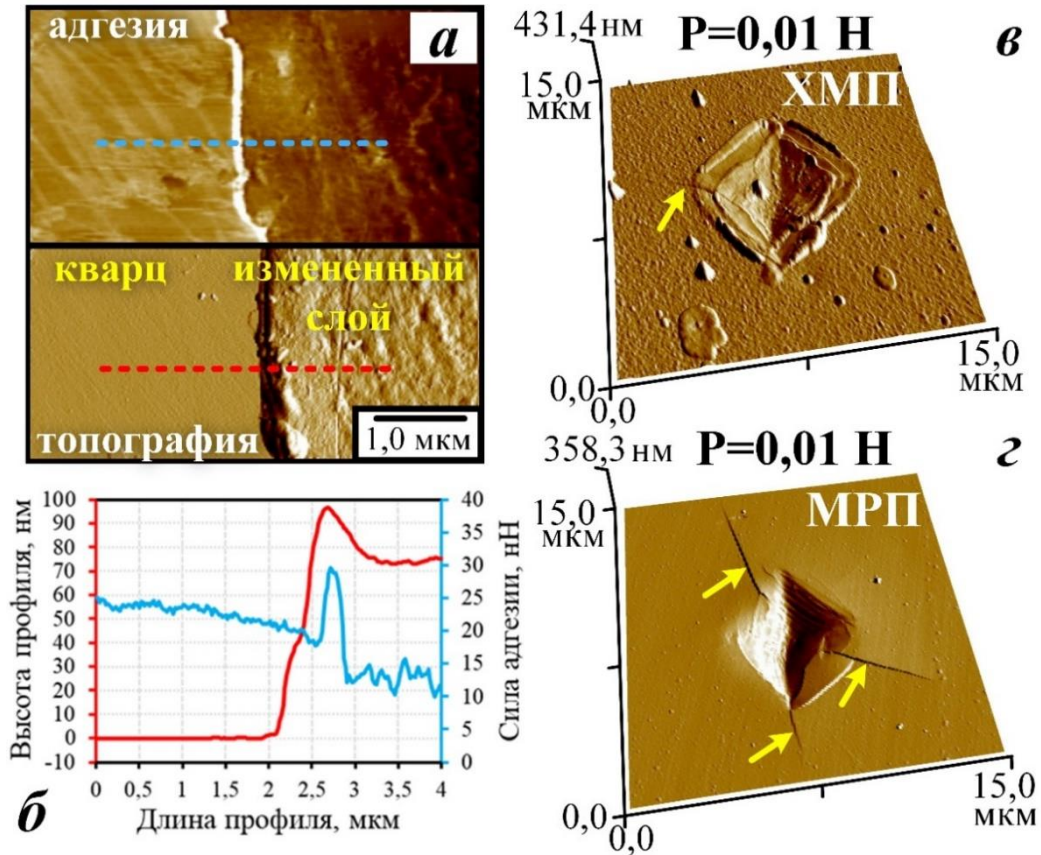
Образец	Микротвердость H , ГПа			K_{IC} , МПа·м ^{1/2}		
	по Виккерсу	НИ	%	по Виккерсу	НИ	%
Si (100)	8,6±0,9	13,8±0,6	37,7	0,97±0,05	1,20±0,05	19,2
Кварц (МРП)	10,0±0,7	13,5±0,1	25,9	1,17±0,17	1,40±0,21	16,4
Стекло предметное	10,1±0,6	6,7±0,1	33,6	1,82±0,04	1,42±0,03	22,0

Установлено влияние состояния поверхности, шероховатости, ориентации и анизотропии монокристаллов, толщины материала, а также удельной поверхностной энергии γ на величину K_{IC} .

На поверхности монокристаллической пластины кварца после ХМП выявлено наличие измененного слоя толщиной 70–80 нм (рисунок 4, а, б). На кварце после МРП его нет. Шероховатость поверхности пластины кварца после ХМП ($R_a = 4,00$ нм, $R_q = 10,11$ нм и $R_z = 12,13$ нм) значительно выше, чем после МРП (R_a , R_q и R_z составили 0,4, 0,6 и 0,8 нм соответственно).

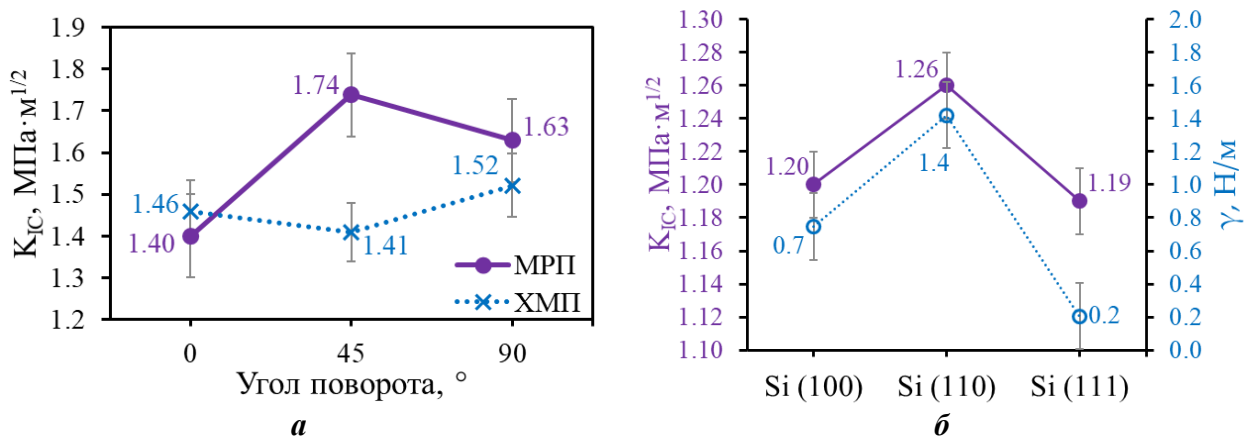
Шероховатость и удельную поверхностную энергию определяли по разработанной методике в рамках диссертационного исследования. АСМ-исследования показали существенное различие в форме контура и морфологии отпечатков на кварце (рисунок 4, в, г). Измененный слой не позволяет определить наличие всех трещин и их длину (рисунок 4, в), что влияет на значения K_{IC} . Так как пластины кварца имеют

симметричную форму без меток, характеризующих ориентацию, было оценено влияние угла поворота (0° , 45° и 90°) пластины кварца под индентором на форму отпечатка, вид и длину трещин, а также величину K_{IC} (рисунок 5, а). Под разными углами поворота относительно индентора различия в значениях K_{IC} могут изменяться на 18–34 %.



а – поверхность кварца после ХМП с измененным слоем; б – профиль поверхности; в – отпечаток индентирования на кварце после ХМП; з – отпечаток индентирования на кварце после МРП

Рисунок 4 – Поверхность пластины кварца



а – K_{IC} кварца после ХМП и МРП от угла поворота; б – K_{IC} и γ пластин кремния

Рисунок 5 – K_{IC} монокристаллических пластин кварца и кремния различной ориентации

При исследовании пластин кремния Si установлена прямая корреляция ($C_{\text{корр}} = 0,997$) между K_{IC} и γ : пластине с большими значениями γ соответствуют большие значения K_{IC} (рисунок 5, б). Установлена корреляция между критической энергией распространения трещины и микротвердостью пластин кремния трех ориентаций.

При сравнении образцов стекла различной толщины ($2,0 \pm 0,2$ и $0,17 \pm 0,02$ мм) установлено, что стекло с большей толщиной имеет выше вязкость разрушения $1,42 \pm 0,03$ МПа·м^{1/2}, что в 1,3 раза выше, чем у тонкого. Погрешность при определении длины трещины вносит ошибку в величине K_{IC} . Неточность в длине трещины в 200 нм приводит к погрешности K_{IC} в 0,05–0,15 МПа·м^{1/2} (5–7 %). Критерием вершины трещины выбран АСМ-профиль поверхности через предполагаемое начало трещины на изображении, при этом вершиной трещины считают точку на её контуре, в которой глубина профиля поверхности составляет не менее 0,5 нм от профиля поверхности в недеформированной области (рисунок 6).

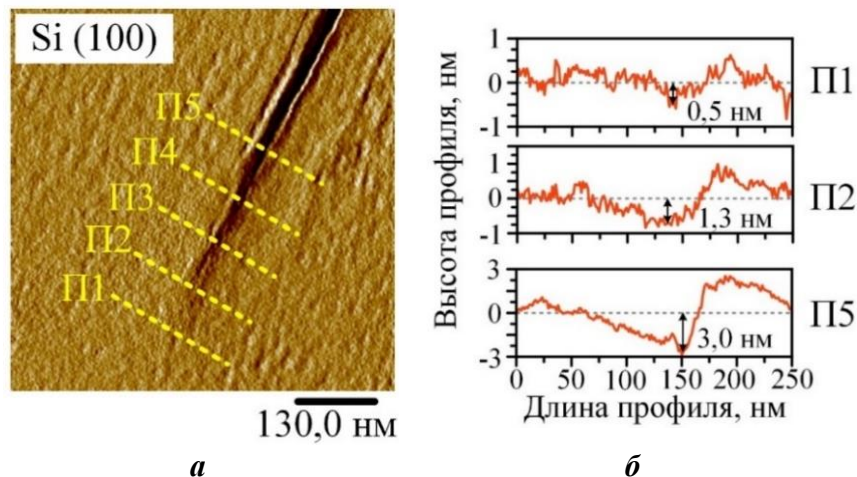


Рисунок 6 – АСМ-изображение вершины трещины (а) на пластине Si (100) и АСМ-профили (б)

Для количественного определения K_{IC} тонких покрытий методом наноиндентирования необходимы кривая индентирования и изображение отпечатка индентирования с трещинами для выбора типа деформации и формулы расчета K_{IC} . На кривых индентирования при появлении трещин в покрытии образуются «полочки», по которым проводят расчет энергии $U_{\text{трещ}}$, затрачиваемой на образовании трещины. Встречаются случаи, когда на отпечатке присутствуют трещины, а на кривой нет «полочек», либо наоборот, на кривой «полочки» есть, а на отпечатке трещин нет.

Третья глава посвящена разработке методик определения трещиностойкости методом индентирования и наноиндентирования для твердых хрупких материалов и покрытий. В результате рассмотрения в главе 2 факторов, влияющих на погрешность определения трещиностойкости материалов, разработаны алгоритм (рисунок 7) и методика определения критического коэффициента интенсивности напряжений K_{IC} твердых хрупких материалов. При этом в качестве метода визуализации

предлагается использовать метод атомно-силовой микроскопии; микротвердость H и модуль упругости E определять методом наноиндентирования; расчет критического коэффициента интенсивности напряжений K_{IC} будет проводиться по формулам (1) и (2); дополнительные исследования вершин трещин на малых полях с высоким разрешением атомно-силовой микроскопией для уточнения длины трещин.

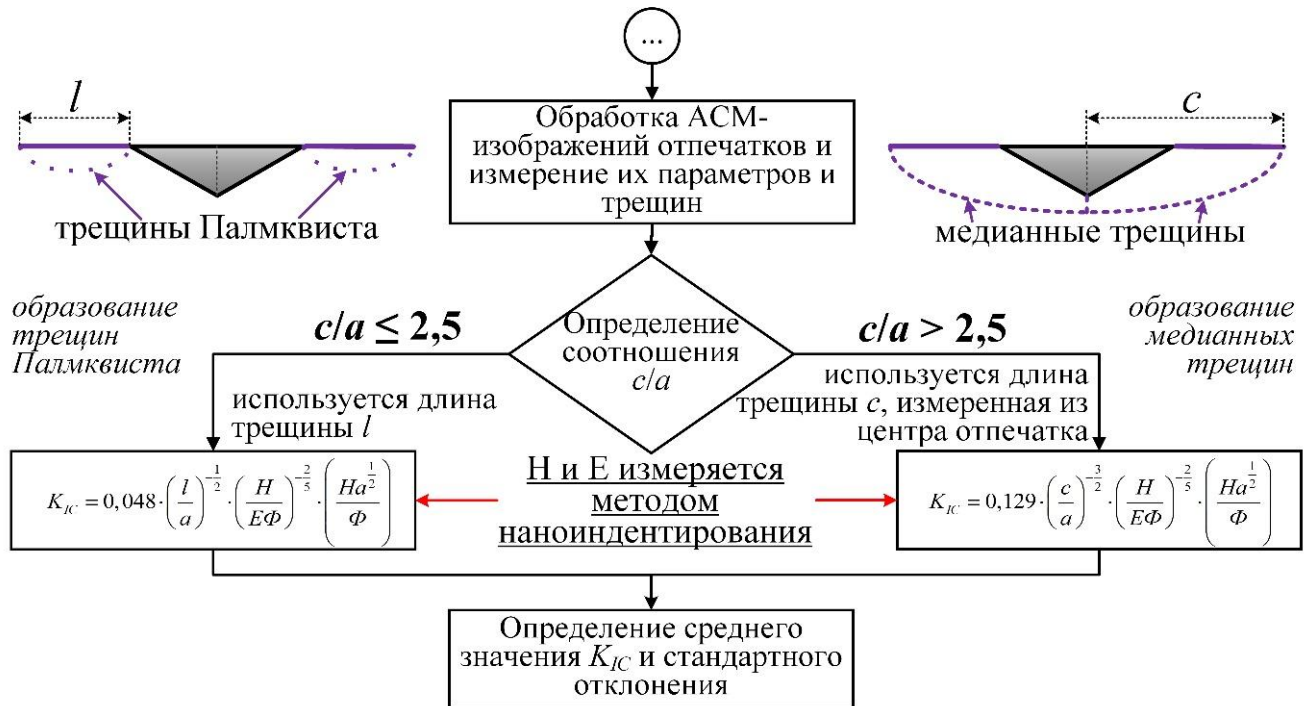


Рисунок 7 – Часть алгоритма по измерению K_{IC} твердых хрупких материалов методом индентирования

Разработаны алгоритм (рисунок 8) и методика определения вязкости разрушения тонких хрупких покрытий методом наноиндентирования с визуализацией области деформации методом атомно-силовой микроскопии, позволяющие исключить случаи отсутствия «полочек» на кривой и отсутствия трещин в отпечатке из-за недостаточного качества визуализации.

Для многофазного материала предложено использовать разработанную методику для определения трещиностойкости методом индентирования и определять K_{IC} для каждой отдельной фазы в материале (рисунок 9) с использованием наноиндентирования для определения E и H всех фаз.

Предложен качественный экспресс-метод определения вязкости разрушения хрупких твердых материалов и покрытий при помощи наноиндентирования, который основан на определении доли «полочек» (показывающих образование трещин) на одну кривую внедрения. Преимущество предложенного метода заключается в значительном сокращении времени для предварительного анализа состояния образцов.

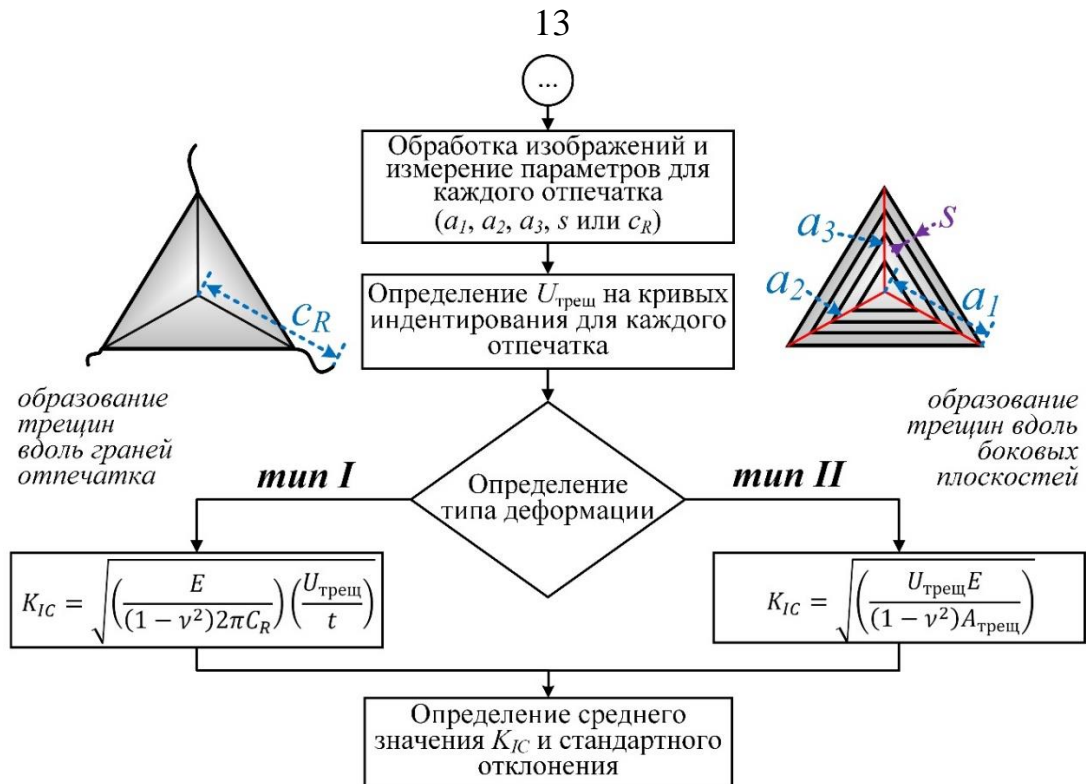


Рисунок 8 – Часть алгоритма по измерению K_{IC} твердых тонких покрытий методом НИ

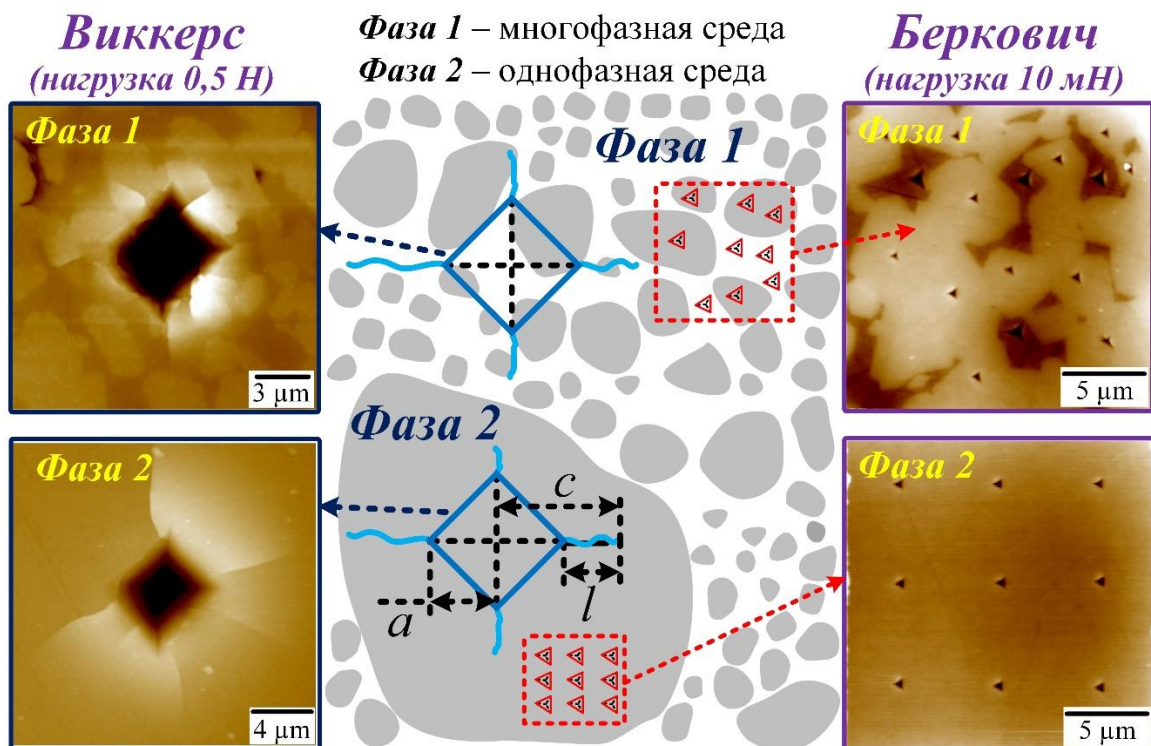
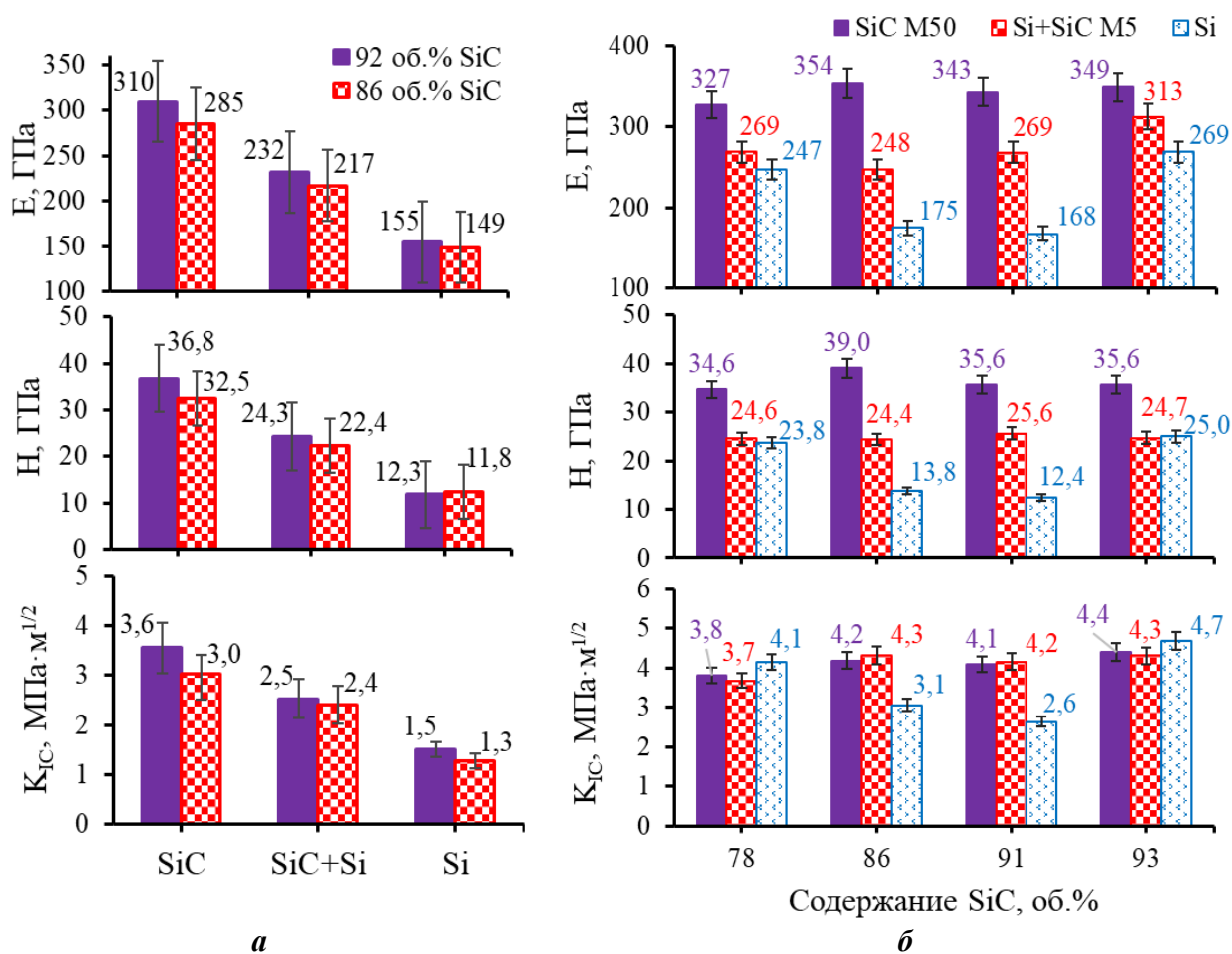


Рисунок 9 – Схема применения разработанной методики определения K_{IC} для многофазного материала

В четвертой главе приведены результаты по практическому применению разработанных методик для определения K_{IC} алюмооксидного покрытия, отдельных фаз на образцах карбидкремниевой керамики Si-SiC и тонкого алмазоподобного

покрытия на подслоях различной твердости. Результаты измерений K_{IC} на алюмооксидном покрытии методом индентирования показали, что лазерное легирование оксидом циркония покрытия приводит к повышению физико-механических свойств и K_{IC} покрытия с $4,03 \pm 0,52 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$ до $6,67 \pm 0,35 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$.

Исключение операции контролируемого остывания при силицировании приводит к снижению физико-механических свойств и K_{IC} всех фаз образца карбидокремниевой керамики (рисунок 10, а) на 5–15 %.



а – при изменении режима силицирования; б – при изменении содержания SiC
Рисунок 10 – Физико-механические свойства и K_{IC} фаз карбидокремниевой керамики

На образце с контролируемым остыванием K_{IC} составил $3,6 \pm 0,2 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$ для фазы SiC M50, $1,5 \pm 0,1 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$ для фазы Si и $2,5 \pm 0,1 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$ для фазы Si+SiC M5. Изменение в количестве пропиток бакелитовым лаком (от 1 до 4) с целью получения оптимального соотношения доли карбида кремния SiC в спеченных образцах от содержания углерода перед силицированием приводит к увеличению карбида кремния с 78 до 93 об. % за счет появления вторичного карбида кремния, который вызывает эффект «механического подкрепления», что приводит к изменению физико-механических свойств и K_{IC} (рисунок 10, б). В результате установлено, что все фазы в образце с 93 об. % SiC имеют наибольшие K_{IC} по сравнению с другими образцами: $4,40 \pm 0,22 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$ для фазы SiC M50, $4,68 \pm 0,23 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$ для фазы Si

и $4,30 \pm 0,22$ МПа·м^{1/2} для фазы Si+SiC M5 (рисунок 10, б). С учетом объемной доли каждой из фаз значение K_{IC} для образца с 93 об. % SiC составило $4,41 \pm 0,23$ МПа·м^{1/2}.

Применение разработанной методики определения вязкости разрушения для тонких покрытий позволило выявить различный тип деформации, образования и распространения трещин у алмазоподобных покрытий с титановым и медным подслоями. Наличие более твердого титанового подслоя снижает K_{IC} на 33 %, так как уменьшает релаксацию напряжений.

В **Приложении** представлены методики определения трещиностойкости методами индентирования и НИ, шероховатости и удельной поверхностной энергии, а также документы, свидетельствующие о практическом использовании результатов диссертационной работы.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Основные научные результаты диссертации

1. Разработана методика определения трещиностойкости методом индентирования с визуализацией области деформации методом атомно-силовой микроскопии, которая благодаря высокому разрешению позволяет уменьшить погрешность определения длины диагоналей отпечатков индентирования до 9 % и длин трещин в 1,5 и 2 раза по сравнению со сканирующей электронной и оптической микроскопиями соответственно [1, 4, 8, 10–12, 15–17].

2. Предложены способы уменьшения погрешности определения K_{IC} : измерение микротвердости методом наноиндентирования без образования трещин в отпечатке приводит к снижению погрешности её определения до 38 % по сравнению с определением микротвердости по Виккерсу и снижению погрешности определения K_{IC} до 23 %; использование математических моделей расчета K_{IC} с возможностью применения при малых нагрузках и максимальным отношением значений K_{IC} при больших (от 1,0 до 5,5 Н) и малых (от 0,01 до 0,5 Н) значениях нагрузки [1, 4, 8, 10, 11, 13, 17]. Предложен метод определения вязкости разрушения многофазного материала для каждой отдельной фазы с применением разработанной методики определения трещиностойкости методом индентирования с визуализацией области деформации методом атомно-силовой микроскопии за счет использования малых нагрузок, позволяющих проводить индентирование в отдельные фазы материала и с учетом объемного содержания каждой фазы в материале определить значение K_{IC} для образца в целом. Предложена экспресс-методика качественного определения вязкости разрушения хрупкого твердого материала на основе кривых наноиндентирования [1, 8, 11, 12, 14, 16, 17]. С применением разработанной методики определения шероховатости и удельной поверхностной энергии установлены корреляции K_{IC} с удельной поверхностной энергией и модулем упругости пластин кремния различной ориентации, а критической энергии распространения трещины G_{IC} с микротвердостью, пластической и упругой составляющими деформации [3, 5–7, 9, 11, 14,

17]. Определено влияние состояния поверхности, анизотропии, ориентации на величину K_{IC} [2, 6, 7, 10, 11].

3. Установлено, что использование малых полей сканирования (500 нм^2 и меньше) при матрице 512×512 точек в вершине трещины дополнительно уменьшает погрешность определения длины трещины на 4–5 % и K_{IC} на 5–7 %. Критерием вершины трещины выбран АСМ-профиль поверхности через предполагаемое начало трещины на изображении, при этом вершиной трещины считают точку на ее контуре, в которой глубина профиля поверхности составляет не менее 0,5 нм от профиля поверхности в недеформированной области [3, 10, 11].

4. Разработана методика определения K_{IC} твердых тонких покрытий методом наноиндентирования с визуализацией области деформации методом атомно-силовой микроскопии, позволяющей с высокой достоверностью визуализировать область деформации [1, 4, 11–14]

5. Разработанные методики и способы применены для определения K_{IC} алюмооксидного покрытия, отдельных фаз карбидокремниевой керамики и тонкого алмазоподобного покрытия на различных по твердости подслоях [1, 4, 13, 15–17]. Установлено, что лазерное легирование оксидом циркония приводит к значительному упрочнению алюмооксидного покрытия и повышает K_{IC} до $6,67 \pm 0,35 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$ [1, 10–15]. Изменение режима контролируемого остывания при силицировании, применение разного количества пропиток бакелитовым лаком приводит к изменению физико-механических свойств и K_{IC} всех фаз образцов керамики Si-SiC. Отсутствие операции контролируемого остывания при силицировании приводит к снижению K_{IC} образцов керамики. Проведение четырех пропиток бакелитовым лаком приводит к увеличению содержания карбида кремния до 93 об. % за счет появления вторичного карбида кремния, который вызывает эффект «механического подкрепления», что в результате приводит к росту физико-механических свойств и K_{IC} всех фаз образцов керамики Si-SiC. С учетом объемного содержания всех трех фаз определен K_{IC} для образцов в целом [8, 10, 11, 14, 17]. Выявлен различный тип деформации и трещин у алмазоподобных покрытий с титановым и медным подслоями. Наличие более твердого подслоя (титанового) снижает K_{IC} [12, 16].

Рекомендации по практическому использованию результатов

Разработанные методики определения трещиностойкости рекомендуется использовать для твердых хрупких материалов и покрытий, различных керамик, ответственных деталей, для керамических стоматологических материалов, для отдельных фаз в материале, а также элементов микроэлектромеханических систем. Разработанная методика для определения шероховатости и удельной поверхностной энергии может быть использована в оптико-электронных системах различного назначения. Разработанные в диссертации методики использованы:

– в исследованиях Института тепло- и массообмена имени А. В. Лыкова НАН Беларуси (Акт о практическом использовании результатов исследования

от 30.04.2021 г.) для оценки K_{IC} композиционной карбидокремниевой керамики Si-SiC. Данные исследования способствовали успешному выполнению крупного международного контракта КАССТ-НМТИ/27 «Development, fabrication and delivery of pilot experimental setup for producing of SiC-based optical mirrors with typical dimensions of up to 200 mm»;

– для определения K_{IC} алюмоциркониевого покрытия, полученного в Объединенном институте машиностроения НАН Беларуси (Акт о практическом использовании результатов исследования от 08.06.2021 г.);

– для исследования влияния быстрой термической обработки на морфологию, шероховатость и удельную поверхностную энергию структур Ni/n-Si (111) с толщиной Ni ~40 нм на ОАО «ИНТЕГРАЛ» – управляющая компания холдинга «ИНТЕГРАЛ» (акт о практическом использовании результатов исследований от 10.06.2021 г.);

– в учебном процессе на кафедре «Микро- и нанотехника» приборостроительного факультета Белорусского национального технического университета (Акт о практическом использовании результатов исследования в учебном процессе от 21.04.2021 г.) для освоения студентами практических навыков по определению K_{IC} наноструктурных материалов на практических занятиях по дисциплине «Техника наноконтроля».



СПИСОК ОПУБЛИКОВАННЫХ РАБОТ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ**Статьи в рецензируемых научных изданиях**

1. Лапицкая, В. А. Исследование трещиностойкости покрытий микродугового оксидирования после лазерного легирования оксидом циркония / В. А. Лапицкая [и др.] // Журнал технической физики. – 2019. – Т. 89, № 11. – С. 1699–1704.
2. Lapitskaya, V. A. Influence of polishing technique on crack resistance of quartz plates / V. A. Lapitskaya [et al.] // International Journal of Fracture. – 2021. – V. 231, №1. – P. 61–77.
3. Lapitskaya, V. A. The use of AFM in assessing the crack resistance of silicon wafers of various orientations / V. A. Lapitskaya [et al.] // Engineering Fracture Mechanics. – 2022, V. 259. – P. 107926.
4. Kuprin, A. S. Structure and Properties of ZrON Coatings Synthesized by Cathodic Arc Evaporation / A. S. Kuprin [et al.] // Materials. – 2021. – V. 14. – P. 1483.
5. Kuznetsova, T. Properties of CrSi₂ Layers Obtained by Rapid Heat Treatment of Cr Film on Silicon / T. Kuznetsova [et al.] // Nanomaterials. – 2021. – Vol. 11., Iss.7 – P. 1734.
6. Лапицкая, В. А. Влияние обработки в плазме диэлектрического барьерного разряда на морфологию и гидрофильные свойства поверхностей стекла, металла и полимеров / В. А. Лапицкая [и др.] // Инженерно-физический журнал. – 2020. – Т. 93, № 5. – С. 2389–2394.
7. Lapitskaya, V. A. The changes in particle distribution over the polymer surface under the dielectric barrier discharge plasma / V. A. Lapitskaya [et al.] // International Journal of Nanoscience. – 2019. – Vol. 18, № 3, 4. – P. 1940079.
8. Lapitskaya, V. A. Methods for accuracy increasing of determining the fracture toughness of solid brittle materials / V. A. Lapitskaya [et al.] // Приборы и методы измерений. – 2022. – Т. 13, № 1. – С. 40–49.

Статьи в научно-технических сборниках

9. Лапицкая, В. А. Контроль свойств поверхности полимерной пленки ПМФ-351 и титана после обработки в низкотемпературной плазме диэлектрического барьерного разряда методом АСМ / В. А. Лапицкая [и др.] // Сборник научных трудов «Тепло- и массоперенос–2018» / Институт тепло- и массообмена имени А. В. Лыкова НАН Беларуси ; редкол.: О. Г. Пенязьков. – Минск, 2019. – С. 256–263.

Доклады научных конференций

10. Лапицкая, В. А. Определение трещиностойкости с использованием АСМ / В. А. Лапицкая [и др.] // Сборник докладов XIII Международной конференции «Ме-

тодологические аспекты сканирующей зондовой микроскопии», Минск, 16–19 октября 2018 г. / Институт тепло- и массообмена имени А.В. Лыкова НАН Беларуси ; редкол. : С. А. Чижик. – Минск, 2018. – С. 260–266.

11. Лапицкая, В. А. Определение трещиностойкости хрупких материалов и покрытий с визуализацией отпечатка индентора при помощи атомно-силовой микроскопии / В. А. Лапицкая, Т. А. Кузнецова, С. А. Чижик // Актуальные проблемы прочности : материалы LXIV междунар. науч. конф., Минск, 25–29 мая 2020 г. / ИТА НАН Беларуси ; редкол.: В. В. Рубаника. – Минск, 2020. – С. 210–211.

Тезисы докладов научных конференций

12. Lapitskaya, V. A. Method for plasticity evaluating for hard coatings / V. A. Lapitskaya [et al.] // 8-th international colloquium micro-tribology, September 11–13, 2017, Warsaw University of Technology.

13. Лапицкая, В. А. Определение коэффициента интенсивности напряжений МДО-покрытия с помощью метода АСМ / В. А. Лапицкая [и др.] // Труды 14 Международной конференции «Пленки и покрытия 2019», г. Санкт-Петербург, Россия. – 2019. – С. 337–340.

14. Lapitskaya, V. A. Determination of fracture toughness of coatings by indentation method with the AFM cracks diagnosis / V. A. Lapitskaya [et al.] // 11-th Symposium on Vacuum based Science and Technology, Kolobrzeg, November 19–21. – 2019. – P. 5.

15. Лапицкая, В. А. Определение трещиностойкости МДО покрытий с визуализацией отпечатка АСМ / В. А. Лапицкая [и др.] // Труды XXIII Международного симпозиума «Нанопизика и нанозлектроника», 11–14 марта 2019 г., г. Нижний Новгород, Россия. – Т. 1. – С. 364–365.

16. Лапицкая, В. А. Определение трещиностойкости покрытия SiC / В. А. Лапицкая [и др.] // Поликомтриб–2019, г. Гомель, Беларусь, 25–28 июня 2019 г. – 2019. – С. 193.

17. Лапицкая, В. А. Методика определения вязкости разрушения керамики / В. А. Лапицкая [и др.] // Приборостроение–2021: материалы 14-й Международной научно-технической конференции, 17–19 ноября 2021 г. / редкол.: О. К. Гусев (председатель) [и др.]. – Минск: БНТУ. – С. 184–186.

РЭЗІЮМЭ

Лапіцкая Васіліна Аляксандраўна

**КАНТРОЛЬ ТРЭШЧЫНАЎСТОЙЛІВАСЦІ КЕРАМІЧНЫХ
МАТЭРЫЯЛАЎ І ПАКРЫЦЦЯЎ З ПРЫМЯНЕННЕМ
АТАМНА-СІЛАВОЙ МІКРАСКОПІ І НАНАІНДЭНТАВАННЯ**

Ключавыя словы: трэшчынаўстойлівасць, глейкасць разбурэння, крытычны каэфіцыент інтэнсіўнасці напружанняў, хібнасць, методыка, спосаб, вяршыня расколіны, даўжыня расколіны, мікрацвёрдасць, фаза, пакрыццё, кераміка.

Аб'ект даследавання: трэшчынаўстойлівасць цвёрдых далікатных матэрыялаў, у тым ліку кампазіцыйных, і тонкіх пакрыццяў.

Мэта работы: удасканаленне метаду кантролю трэшчынаўстойлівасці керамічных матэрыялаў і пакрыццяў індэнтаваннем у дыяпазоне нагрузак ад 0,01 да 5,5 Н і распрацоўка методык вызначэння трэшчынаўстойлівасці з патрабаванай хібнасцю, і прымяненне іх для кантролю трэшчынаўстойлівасці матэрыялаў мікраэлектронікі і мікрасенсорыкі.

Метады даследавання і апаратура: атамна-сілавая мікраскапія, нанаіндэнтаванне, мікрацвёрдамер, аптычная мікраскапія, сканавальны электронны мікраскоп, рэнтгенаструктурны аналіз.

Разгледжаны асноўныя фактары, якія ўплываюць на хібнасць вызначэння трэшчынаўстойлівасці (глейкасці разбурэння) метадам індэнтавання. Прапанаваны спосабы, якія дазваляюць мінімізаваць хібнасць пры вызначэнні мікрацвёрдасці, даўжыні і вяршыні расколін. Вызначаны ўклад матэматычнай мадэлі разліку ў значэнні крытычнага каэфіцыента інтэнсіўнасці напружанняў. Распрацаваны методыкі вызначэння трэшчынаўстойлівасці метадам індэнтавання і нанаіндэнтавання з візуалізацыяй вобласці дэфармацыі метадам атамна-сілавой мікраскапіі. Праведзены комплексныя даследаванні марфалогіі паверхні, фізіка-механічных уласцівасцяў і глейкасці разбурэння кампазіцыйнай керамікі, монакрышталяў крэмнія і кварца, аморфных стэкол і пакрыццяў.

Рэкамендацыі па выкарыстанні: распрацаваныя методыкі рэкамендуецца ўжываць для вызначэння трэшчынаўстойлівасці цвёрдых далікатных матэрыялаў і пакрыццяў, розных керамік, для асобных фаз ў матэрыяле і элементаў МЭМС.

Вобласць прымянення: пры стварэнні новых дэталей машын і пакрыццяў. Спажывацямі паслуг могуць быць машынабудаўнічая, прыборабудаўнічая, авіяцыйная і касмічная галіны, нафтагаздабыўная прамысловасць Рэспублікі Беларусь і іншых краін СНД.

РЕЗЮМЕ

Лапицкая Василина Александровна

**КОНТРОЛЬ ТРЕЩИНОСТОЙКОСТИ КЕРАМИЧЕСКИХ
МАТЕРИАЛОВ И ПОКРЫТИЙ С ПРИМЕНЕНИЕМ
АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ И НАНОИНДЕНТИРОВАНИЯ**

Ключевые слова: трещиностойкость, вязкость разрушения, критический коэффициент интенсивности напряжений, погрешность, методика, способ, вершина трещины, длина трещины, микротвердость, фаза, покрытие, керамика.

Объекты исследования: трещиностойкость твердых хрупких материалов, в том числе композиционных, и тонких покрытий.

Цель работы: совершенствование метода контроля трещиностойкости керамических материалов и покрытий индентированием в диапазоне нагрузок от 0,01 до 5,5 Н и разработка методик определения трещиностойкости с требуемой погрешностью, и применение их для контроля трещиностойкости материалов микроэлектроники и микросенсорики.

Методы исследования и аппаратура: атомно-силовая микроскопия, наноиндентирование, микротвердомер, оптическая микроскопия, сканирующий электронный микроскоп, рентгеноструктурный анализ.

Рассмотрены основные факторы, влияющие на погрешность определения трещиностойкости (вязкости разрушения) методом индентирования. Предложены способы, позволяющие минимизировать погрешность при определении микротвердости, длины и вершины трещин. Определен вклад математической модели расчета в значения критического коэффициента интенсивности напряжений. Разработаны методики определения трещиностойкости методом индентирования и наноиндентирования с визуализацией области деформации методом атомно-силовой микроскопии. Проведены комплексные исследования морфологии поверхности, физико-механических свойств и вязкости разрушения композиционной керамики, монокристаллов кремния и кварца, аморфных стекол и покрытий.

Рекомендации по использованию: разработанные методики рекомендуется применять для определения трещиностойкости твердых хрупких материалов и покрытий, различных керамик, для отдельных фаз в материале и элементов МЭМС.

Область применения: при создании новых деталей машин и покрытий. Потребителями услуг могут быть машиностроительная, приборостроительная, авиационная и космическая отрасли, нефтегазодобывающая промышленность Республики Беларусь и других стран СНГ.

SUMMARY

Lapitskaya Vasilina Alexandrovna

CRACK RESISTANCE CONTROL OF CERAMIC MATERIALS AND COATINGS USING ATOMIC FORCE MICROSCOPY AND NANOINDENTATION

Key words: crack resistance, fracture toughness, critical stress intensity factor, error, technique, method, crack tip, crack length, microhardness, phase, coating, ceramics.

Objects of research: crack resistance of hard brittle materials, including composite materials, and thin coatings.

Aim of the work: improvement of the method for controlling the crack resistance of ceramic materials and coatings by indentation in the load range from 0.01 to 5.5 N and the development of methods for determining the crack resistance with the required error, and their application to control the crack resistance of microelectronics and microsensor materials.

Methods of research and equipment: atomic force microscopy, nanoindentation, microhardness meter, optical microscopy, scanning electron microscope, X-ray diffraction analysis.

The main factors affecting the error in determining the crack resistance (fracture toughness) by the indentation method are considered. Methods are proposed to minimize the error in determining the microhardness, length and crack tip. The contribution of the mathematical calculation model to the values of the critical stress intensity factor is determined. Techniques for determining crack resistance by indentation and nanoindentation with visualization of the deformation region by atomic force microscopy have been developed. Comprehensive studies of the surface morphology, physical-mechanical properties and fracture toughness of composite ceramics, silicon and quartz single crystals, amorphous glasses and coatings have been carried out.

Recommendations for use: the developed methods are recommended to be used to determine the crack resistance of hard brittle materials and coatings, various ceramics, for individual phases in the material and MEMS elements.

The field of application: when creating new machine parts and coatings. Consumers of services can be machine-building, instrument-making, aviation and space industries, oil and gas industry of the Republic of Belarus and other CIS countries.

Научное издание

ЛАПИЦКАЯ
Василина Александровна

**КОНТРОЛЬ ТРЕЩИНОСТОЙКОСТИ КЕРАМИЧЕСКИХ
МАТЕРИАЛОВ И ПОКРЫТИЙ С ПРИМЕНЕНИЕМ
АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ И НАНОИНДЕНТИРОВАНИЯ**

Автореферат диссертации
на соискание ученой степени кандидата технических наук
по специальности 05.11.01 – приборы и методы измерения

Подписано в печать 16.05.2022. Формат 60×84 1/16. Бумага офсетная. Цифровая печать.
Усл. печ. л. 1,45. Уч.-изд. л. 1,14. Тираж 110. Заказ 306.

Издатель и полиграфическое исполнение: Белорусский национальный технический университет.
Свидетельство о государственной регистрации издателя, изготовителя, распространителя
печатных изданий № 1/173 от 12.02.2014. Пр. Независимости, 65. 220013, г. Минск.