

КАРТОГРАФИРОВАНИЕ НАПРЯЖЕНИЙ *IN SITU* ПРИ ИНДЕНТИРОВАНИИ КРЕМНИЯ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СПЕКТРОСКОПИИ КОМБИНАЦИОННОГО РАССЕЯНИЯ**С.А. Вотяков, И.А. Кудряшов, К. Будич, А.Н. Кириченко, А.С. Усеинов, Г.Х. Султанова**

Сергей Алексеевич Вотяков (ORCID 0009-0007-9155-2853) *, Алексей Серверович Усеинов (ORCID 0000-0002-9937-0954)

Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов, ул. Центральная, 7а, Троицк, Москва, Российская Федерация, 108840

E-mail: savotyakov99@yandex.ru *, useinov@mail.ru

Игорь Александрович Кудряшов (ORCID 0009-0002-5519-4749), Кристиан Будич (ORCID0009-0005-8308-1137)

Tokyo Instruments, 6-18-14 Nishikasai, Edogawa-ku, Tokyo 134-0088, Japan

E-mail: i_kudryashov@tokyoinst.co.jp, c_budich@tokyoinst.co.jp

Алексей Николаевич Кириченко (ORCID 0000-0002-3179-3061)

Частное учреждение Государственной корпорации по атомной энергии "Росатом". Проектный центр ИТЭР, ул. Расплетина, 11к2, Москва, Российская Федерация, 123060

E-mail: akir73@mail.ru

Гульназ Хакимовна Султанова (ORCID 0000-0002-4770-5724)

Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов, ул. Центральная, 7а, Троицк, Москва, Российская Федерация, 108840

Московский физико-технический институт, Институтский пер., 9, Долгопрудный, Московская обл., Российская Федерация, 141701

E-mail: sultanova.gkh@phystech.edu

*Благодаря особенностям прозрачного алмазного индентора-объектива стало возможным исследование *in situ* областей упругих деформаций материалов под наконечником как в контакте, так и вне области контакта без использования специальных иммерсионных жидкостей. В связи с этим появилась возможность эффективного точечного сканирования данных областей до 1 мкм с использованием спектроскопии комбинационного рассеяния. В данной работе по сдвигам мод комбинационного рассеяния (ЛО мод) благодаря концепции тензора фононных мод Грюнайзена в деформированном кремнии были точно рассчитаны относительные изменения объемов и соответствующие им давления, являющиеся средним значением всех трех составляющих нормальных напряжений. Тем самым был показан переход от картографирования оптических свойств к определению механических свойств исследуемого материала с пространственной привязкой получаемых данных с микронной точностью. Обсуждается возможность изучения типа деформаций в кристаллах (растяжение или сжатие) во время индентирования с применением спектроскопии комбинационного рассеяния в геометрии обратного рассеяния. Также обсуждается возможность определения направления деформаций с применением поляризационных методов, использование которых позволит измерить продольные ГО моды. В данной работе исследовался образец кремниевого чипа с ориентацией (100). Индентирование проводилось при нагрузках 250 и 1500 мН. По полученным данным для нагрузки в 250 мН для одного из секторов под индентором была построена карта распределения давлений с шагом 1 мкм области упругой деформации вне отпечатка. По характеру изменения спектров комбинационного рассеяния были сделаны выводы об однородности и неоднородности деформаций в измеренных точках. Картографирование напряжений деформированной области по предложенной методике эффективно на малых нагрузках.*

Ключевые слова: прозрачный индентор, спектроскопия комбинационного рассеяния, индентирование

IN SITU STRESS MAPPING DURING SILICON INDENTATION USING RAMAN SPECTROSCOPY

S.A. Votyakov, I.A. Kudryashov, C. Budich, A.N. Kirichenko, A.S. Useinov, G.Kh. Sultanova

Sergey A. Votyakov (ORCID 0009-0007-9155-2853) *, Alexey S. Useinov (ORCID 0000-0002-9937-0954)
Technological Institute for Superhard and Novel Carbon Materials, Tsentralnaya st., 7a, Troitsk, Moscow,
108840, Russia
E-mail: savotyakov99@yandex.ru*, useinov@mail.ru

Igor A. Kudryashov (ORCID 0009-0002-5519-4749), Christian Budich (ORCID 0009-0005-8308-1137)
Tokyo Instruments, 6-18-14 Nishikasai, Edogawa-ku, Tokyo 134-0088, Japan
E-mail: i_kudryashov@tokyoinst.co.jp, c_budich@tokyoinst.co.jp

Alexey N. Kirichenko (ORCID 0000-0002-3179-3061)
ITER Project Center, a Private Institution of the State Atomic Energy Corporation Rosatom, Raspletina st., 11b2,
Moscow, 123060, Russia
E-mail: akir73@mail.ru

Gulnaz Kh. Sultanova (ORCID 0000-0002-4770-5724)
Technological Institute for Superhard and Novel Carbon Materials, Tsentralnaya st., 7a, Troitsk, Moscow,
108840, Russia
Moscow Institute of Physics and Technology (National Research University), Institutskiy per., 9, Dolgoprudny,
Moscow Reg., 141701, Russia
E-mail: sultanova.gkh@phystech.edu

Due to the features of the transparent diamond indenter-objective, it became possible to study in situ the areas of elastic deformations of materials under the tip both in contact and outside the contact area, without the use of special immersion liquids. In this regard, it has become possible to effectively point-scan these regions down to 1 μm using Raman spectroscopy. In this work, relative volume changes and their corresponding pressures, which are the average of all three normal stress components, were pointwise calculated from Raman mode shifts (LO modes) due to the concept of the Grüneisen phonon mode tensor in deformed silicon. The transition from mapping of optical properties to determination of mechanical properties of the investigated material with spatial referencing of the obtained data with micron precision was demonstrated. The possibility of studying the type of deformation in crystals (tension or compression) during indentation using Raman spectroscopy in backscattering geometry is discussed. The possibility of determining the strain direction using polarization techniques is also being discussed the use of which will allow the longitudinal TO modes to be measured. In this work, a silicon chip sample with orientation (100) was investigated. Indentation was carried out at loads of 250 and 1500 mN. Using the data obtained for a load of 250 mN for one of the sectors under the indenter, a pressure distribution map with a step of 1 μm of the elastic deformation region outside the indentation was plotted. Conclusions were made about the homogeneity and inhomogeneity of deformations at the measured points based on the character of changes in Raman spectra. Stress mapping of the deformed region using the proposed technique is effective at low loads.

Key words: transparent indenter, Raman spectroscopy, indentation

Для цитирования:

Вотьяков С.А., Кудряшов И.А., Будич К., Кириченко А.Н., Усеинов А.С., Султанова Г.Х. Картографирование напряжений *in situ* при индентировании кремния с использованием спектроскопии комбинационного рассеяния. *Изв. вузов. Химия и хим. технология*. 2024. Т. 67. Вып. 10. С. 22–28. DOI: 10.6060/ivkkt.20246710.10y.

For citation:

Votyakov S.A., Kudryashov I.A., Budich C., Kirichenko A.N., Useinov A.S., Sultanova G.Kh. *In situ* stress mapping during silicon indentation using Raman spectroscopy. *ChemChemTech [Izv. Vyssh. Uchebn. Zaved. Khim. Khim. Tekhnol.]*. 2024. V. 67. N 10. P. 22–28. DOI: 10.6060/ivkkt.20246710.10y.

ВВЕДЕНИЕ

Система комбинированной конфокальной спектроскопии комбинационного рассеяния с прозрачным алмазным индентором-объективом дала возможность наблюдать поверхность образца как до контакта, так и в процессе контакта индентора с материалом, а также измерять контактную площадь при индентировании и получать полноценное оптическое изображение [1-3]. Данные особенности системы позволили совмещать механические испытания со спектроскопическими методами исследования поверхностей [4-6]. В связи с этим, помимо хорошо изученных методов исследования остаточных отпечатков [7], появилась возможность построения карт распределения деформаций и напряжений *in situ*. При этом для исследования доступны как области пластической деформации под наконечником, так и мало изучаемые области вне наконечника с предположительно упругим профилем прогиба.

Количественный точечный расчет деформированных областей по пикам комбинационного рассеяния стал возможен благодаря концепции тензора фононных мод Грюнайзена [8]. Также, помимо абсолютных значений напряжений, можно определить их тип: растяжение или сжатие по сдвигу в сторону более низких или более высоких частот соответственно [9].

Для расчетов сдвиги оценивались по продольной оптической моде (ЛО моде), которой достаточно для вычисления относительного изменения объема в кубических кристаллах [10]. Для более сложных кристаллических систем необходимо измерить более одной моды [11]. В качестве объекта исследований был выбран кристалл кремния.

Построение карт упругой деформации вблизи отпечатка возможно при малых нагрузках. При больших нагрузках получение детальных карт распределения деформаций ожидается затруднительным в связи с тем, что большая область вне отпечатка будет пластически деформирована [12-14]. Ожидается также, что для сложных кристаллических систем дополнительное использование поляризационной спектроскопии комбинационного рассеяния позволит отдельно рассчитать нормальные и сдвиговые компоненты тензора деформации напряженного кристалла.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА И ТЕОРИЯ

В эксперименте использовалась комбинированная система NanoScan (ТИСНУМ, Россия) [15] с конфокальным рамановским микроскопом

Nanofinder (Tokyo Instruments Inc., Япония). Система Nanofinder включала лазер с длиной волны 532 нм (мощность излучения на входе в прозрачный индентор 11 мВт), конфокальный рамановский модуль Flex2, специальный "freespace" микроскоп с базой, позволяющей разместить под ним модуль индентора, спектрометр с фокусным расстоянием 350 мм. Ввод лазерного излучения в рамановский модуль осуществлялся через одномодовое волокно. Для вывода рамановского сигнала использовалось многомодовое волокно с сердцевинной 50 мкм. Получение высокого спектрального разрешения $1,4 \text{ см}^{-1}$ (полуширина спектральной линии) обеспечивалось использованием дифракционной решетки 1800 Г/мм. Точное позиционирование лазерного пятна на образце и картографирование осуществлялось XYZ пьезосканером объектива микроскопа.

В качестве образца был выбран кремниевый чип для атомно-силового микроскопа длиной 160 мкм, шириной 45 мкм и толщиной 4,6 мкм. Ориентация кристалла – (100). Предел текучести образца составлял 5 ГПа. Образец закреплялся клеем Crystalbond555 на стандартном латунном держателе. Для получения спектров высокого качества исследовались максимально гладкие участки кремния.

Основные данные для картографирования были измерены при нагрузке в 250 мН и 1500 мН, время экспозиции – 4 с. При нагрузке в 250 мН сканирование области левого сектора индентора (24×24 точек), включающей в себя как область внутри, так и вне отпечатка, производилось с шагом 1 мкм. Далее нагрузка повышалась до 1500 мН, и данный сектор был отсканирован с шагом 3 мкм (19×19 точек). Благодаря данному сканированию были получены спектры комбинационного рассеяния для количественных расчетов по ЛО-пику.

Параметр Грюнайзена – безразмерный параметр, который описывает влияние изменения объема кристаллической решетки на вибрационные свойства и, как следствие, влияние напряжений на размер или динамику решетки [16]. Таким образом, волновое число является функцией деформации, которая в свою очередь зависит от приложенных напряжений.

Относительное изменение волнового числа активной фононной моды m в кристалле при деформации ε определяется тензором Грюнайзена γ^m – симметричным тензором второго ранга [8]. Для кристаллов применяются ограничения симметрии: $\gamma_{ij} = \gamma_{ji}$, $\varepsilon_{ij} = \varepsilon_{ji}$. В кубическом кристалле $\gamma_1^m = \gamma_2^m =$

$= \gamma_3^m, \gamma_4^m = \gamma_5^m = \gamma_6^m = 0$. Конечный вид уравнения для кремния:

$$\frac{-\Delta w^m}{w_0^m} = \gamma_1^m (\varepsilon_1 + \varepsilon_2 + \varepsilon_3) = \gamma_1^m \frac{\Delta V}{V_0}, \quad (1)$$

где V_0 – объем недеформированной элементарной ячейки, w_0^m – волновое число моды комбинационного рассеяния недеформированного кристалла. Для данного материала $w_0^{LO} = 519,73 \text{ см}^{-1}$.

Таким образом, для кубических кристаллов сдвиг комбинационного рассеяния зависит только от общего изменения объема. Для более сложных кристаллических систем необходимо учитывать больше одного параметра Грюнайзена и больше одной моды комбинационного рассеяния. Но при этом в сложных кристаллических системах возможно также и вычисление отдельных независимых компонент тензора деформации для потенциального построения трехмерных карт распределения деформаций при индентировании [17].

В кремнии существуют три активных моды комбинационного рассеяния: одна продольная оптическая LO и две поперечные оптические моды TO₁, TO₂ [18]. В ненапряженном состоянии эти моды вырождены. В деформированном кремнии вырождение снимается. При этом, как показано в [19], поперечные моды при аналогичных деформациях могут сильнее изменять свой волновой вектор. Предполагается, что по расстоянию между модами с использованием моделей, основанных на теории функционала электронной плотности, можно будет анализировать характер деформаций. LO-мода всегда присутствует на спектре кремния, т. к. снимается в геометрии обратного рассеяния. Экспериментальный параметр Грюнайзена был взят из [20]: $\gamma_1^{LO} = 0,98$. Расчет данных параметров подробно описан в [21].

В дальнейших исследованиях планируются поляризационные измерения TO-пиков, для обнаружения которых необходимо соблюдение двух условий: перпендикулярное падение источника излучения на поверхность, чтобы существовала составляющая электрического поля во всех направлениях и наличие поляризатора, позволяющего разрешить пики поперечных мод.

Под давлением понимается среднее значение всех трех компонент нормальных напряжений для каждой отдельной области. Давление измеряемой области можно рассчитать через модуль объемного сжатия:

$$K(V) = -V \frac{dP}{dV}. \quad (2)$$

Коэффициенты упругости и объемный модуль изменяются при изменении давлений в кристалле. Для повышения точности объемный модуль рассчитывается из модели, основанной на классической молекулярной динамике:

$$K = 101,5 + 312,2 \left(\frac{\Delta V}{V_0} \right) + 218,6 \left(\frac{\Delta V}{V_0} \right)^2 + 856,5 \left(\frac{\Delta V}{V_0} \right)^3 \quad (3)$$

Модель объемной деформации справедлива в связи с тем, что сдвиговыми компонентами в уравнении 1 пренебрегают при малых деформациях. Значимые изменения объемного модуля вне рамок погрешностей начинаются с 1 ГПа, что следует учитывать особенно для областей, близких к отпечатку.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1 представлена карта распределения давлений, рассчитанная с использованием теории Грюнайзена для одного из трех сегментов под индентором при нагрузке в 250 мН. Черная область соответствует области, которая недоступна для измерений в рамках текущего сегмента индентора (она доступна для измерений через другие сегменты), пунктирный треугольник соответствует области отпечатка. Расчет производился по пикам, полученных с помощью Гауссовой аппроксимации для режима LO с хорошим соотношением сигнал/шум. Это позволило улучшить определение положения максимума как минимум на порядок – до $0,01 \text{ см}^{-1}$. Использовался традиционный нелинейный алгоритм наименьших квадратов. Ошибка аппроксимации спектров составила около 3%. Преобладали компоненты с высоким волновым числом, что свидетельствовало о деформации сжатия. На рис. 2 приведены экспериментальные пики комбинационного рассеяния (LO моды), включающие область abcde (рис. 2а) и область справа от e (рис. 2б).

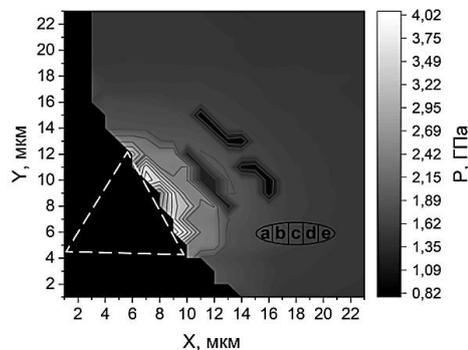


Рис. 1. Карта распределения давления одного сегмента под индентором при нагрузке в 250 мН

Fig. 1. Pressure distribution map of one segment under the indenter at a load of 250 mN

Значение давлений области вне отпечатка на рис. 1 варьировалось от 0,82 до 4,02 ГПа. Наибольшее значение достигалось в области вблизи отпечатка. При этом значения не достигали предела текучести кремния, что указывает на упругий характер деформации.

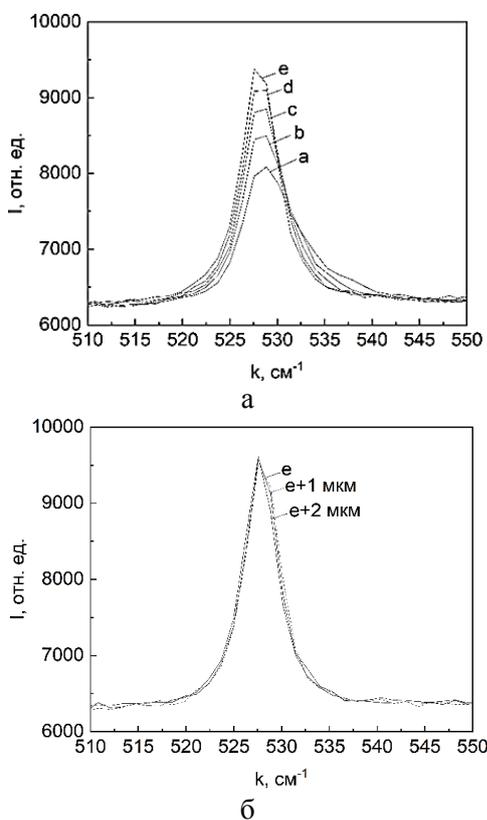


Рис. 2. а) Пики комбинационного рассеяния области abcde. б) Области справа от точки e с шагом 1 мкм
 Fig. 2. a) Raman peaks of the abcde region. б) The region to the right of point e in 1 μm steps

Уширяющиеся пики на рис. 2а соответствуют области abcd, при этом уширение происходит при приближении к отпечатку. Пики, включающие точку e и точки, находящиеся справа от нее с шагом в 1 мкм, располагаются примерно на одном уровне интенсивностей и не уширяются, хотя и имеют разное пиковое значение от 528,1 см⁻¹ (точка e) до 527,7 см⁻¹ (точка e+3 мкм), что вычисляется посредством фитинга (рис. 2б). Отсутствие уширения может свидетельствовать об однородном характере деформаций. Таким образом, упругую деформацию областей, находящихся вдали от отпечатка, можно представить в виде эквивалентного однородного растяжения или сжатия. Области близкие к отпечатку, должны иметь все компоненты тензора деформации: как нормальные, так и сдвиговые. При этом, как видно из уравнения 1, сдвиговые деформации в кубических кристаллах

при малой упругой деформации не оказывают влияния на смещение пиков комбинационного рассеяния. Из этого можно сделать следующий вывод: изолиния, лежащая на точке e, отделяет профиль всесторонних деформаций от профиля однородной деформации.

На рис. 3 представлено точечное распределение пиковых значений волнового вектора для левого угла индентора при нагрузке в 1500 мН. Размер отпечатка при данной нагрузке увеличился примерно в 2 раза. При этом пиковое значение достигало 543,15 см⁻¹, в то время, когда как для нагрузки в 250 мН максимальные пиковые значения не превышали 530 см⁻¹. Данную особенность можно связать с тем, что области вне отпечатка до 40 мкм по оси X подвергались структурным изменениям (пластической деформации) (рис. 3). Также большой шаг измерений в 3 мкм может приводить к суперпозиции сжимающих и растягивающих компонент активных мод вблизи отпечатка. Следовательно, положение пиков вблизи отпечатка, полученное таким образом при большой нагрузке, не может быть использовано для расчетов деформаций и напряжений в рамках упругой теории Грюнайзена.

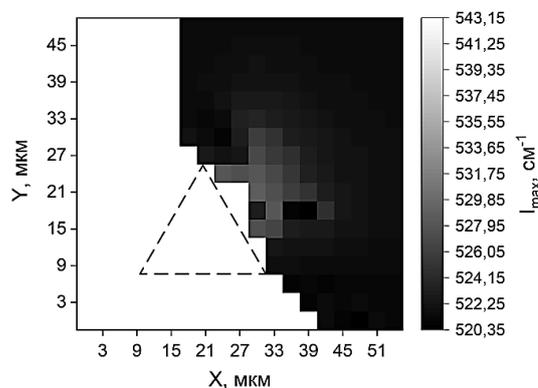


Рис. 3. Точечное распределение пиковых значений LO моды одного из сегментов под индентором при нагрузке в 1500 мН
 Fig. 3. Point distribution of peak LO mode values of one of the segments under the indenter at a load of 1500 mN

ВЫВОДЫ

Представленные в работе методы и результаты демонстрируют расширенные возможности инструментального индентирования, совмещенного со спектроскопией комбинационного рассеяния. В образце кремния через LO-пики были точно рассчитаны давления области вблизи одной из граней индентора при нагрузке 250 мН. Это показывает возможность динамической количественной оценки *in situ* механических изменений в материалах при различных нагрузках: как при нагрузке

нии, так и при снятии нагрузки. При этом специфика метода позволяет достаточно быстро проводить количественное картографирование. Точность расчетов ограничивается пределом текучести исследуемых материалов. При достаточно большой силе вдавливания ближайшая область вокруг отпечатка подвергается структурным изменениям и недоступна для количественного анализа, однако данная область хорошо идентифицируется по пикам и характеру спектров.

Данная методика эффективно показала себя при картографировании областей вне отпечатка для малых нагрузок. При этом предполагается возможность определения критической области (изолинии), где деформация из всесторонней может переходить к эквивалентному однородному сжатию или растяжению.

Исследование выполнено на комбинированной системе NanoScan (ТИСЧУМ, Россия) / Nano-finder (Tokyo Instruments Inc., Япония) с использованием оборудования Центра коллективного пользования ФГБНУ ТИСЧУМ «Исследования наноструктурных, углеродных и сверхтвердых материалов».

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов, требующего раскрытия в данной статье.

The study was carried out using the equipment of the Center for Collective Use of the Federal State Budgetary Scientific Institution TISNUM “Research of nanostructured, carbon and superhard materials”.

The authors declare the absence a conflict of interest warranting disclosure in this article.

ЛИТЕРАТУРА

1. **Maslenikov I.I., Reshetov V.N., Useinov A.S., Doronin M.A.** In situ surface imaging through a transparent diamond tip. *Instrum. Exp. Tech.* 2018. V. 61. N 5. P. 719–724. DOI: 10.1134/S002044121804022X.
2. **Maslenikov I.I., Reshetov V.N., Useinov A.S.** Raman spectroscopy through the indenter working as an optical objective. *Mater. Trans.* 2019. V. 60. N 8. P. 1433–1435. DOI: 10.2320/matertrans.MD201902.
3. **Maslenikov I., Useinov A.** Combined opto-mechanical measurements with the transparent indenter’s tip. *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.* 2020. V. 758. N 1. P. 12056. DOI: 10.1088/1757-899X/758/1/012056.
4. **Maslenikov I.I., Useinov A.S.** In-situ Raman mapping during indentation. *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.* 2019. V. 699. N 1. DOI: 10.1088/1757-899X/699/1/012027.
5. **Решетов В.Н., Усеинов А.С., Султанова Г.Х., Кудряшов И.А., Будич К.** Применение индентора-объектива для оптической спектроскопии структуры и свойств материалов. *Изв. вузов. Химия и хим. технология.* 2021. V. 64. Вып. 12. P. 34–40. DOI: 10.6060/ivkkt.20216412.2y.
6. **Useinov A., Reshetov V., Gusev A., Gladkih E.** Optical spectroscopy combined in situ with instrumented indentation. *J. Appl. Phys.* 2022. V. 132. N 12. P. 121101. DOI: 10.1063/5.0099166.
7. **Liu M., Lin J.Y., Lu C., Tieu K.A., Zhou K., Koseki T.** Progress in indentation study of materials via both experimental and numerical methods. *Crystals.* 2017. V. 7. N 10. DOI: 10.3390/cryst7100258.
8. **Angel R.J., Murri M., Mihailova B., Alvaro M.** Stress, strain and Raman shifts. *Zeitschrift für Krist. - Cryst. Mater.* 2018. V. 234. N 2. P. 129–140. DOI: 10.1515/zkri-2018-2112.
9. **Tuschel D.** Stress, strain, and Raman spectroscopy. *Spectroscopy.* 2019. V. 34. N 9. P. 10–21.
10. **Khanolkar A., Wang Y., Dennett C.A., Hua Z., Mann J.M., Khafizov M., Hurley D.H.** Temperature-dependent elastic constants of thorium dioxide probed using time-domain Brillouin scattering. *J. Appl. Phys.* 2023. V. 133. N 19. P. 195101. DOI: 10.1063/5.0148866.

REFERENCES

1. **Maslenikov I.I., Reshetov V.N., Useinov A.S., Doronin M.A.** In situ surface imaging through a transparent diamond tip. *Instrum. Exp. Tech.* 2018. V. 61. N 5. P. 719–724. DOI: 10.1134/S002044121804022X.
2. **Maslenikov I.I., Reshetov V.N., Useinov A.S.** Raman spectroscopy through the indenter working as an optical objective. *Mater. Trans.* 2019. V. 60. N 8. P. 1433–1435. DOI: 10.2320/matertrans.MD201902.
3. **Maslenikov I., Useinov A.** Combined opto-mechanical measurements with the transparent indenter’s tip. *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.* 2020. V. 758. N 1. P. 12056. DOI: 10.1088/1757-899X/758/1/012056.
4. **Maslenikov I.I., Useinov A.S.** In-situ Raman mapping during indentation. *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.* 2019. V. 699. N 1. DOI: 10.1088/1757-899X/699/1/012027.
5. **Reshetov V.N., Useinov A.S., Sultanova G.Kh., Kudryashov I.A., Budich K.** Application of an indenter-objective for optical spectroscopy of the structure and properties of materials. *Chem-ChemTech [Izv. Vyssh. Uchebn.Zaved. Khim. Khim. Tekhnol.]*. 2021. V. 64. N 12. P. 34–40 (in Russian). DOI: 10.6060/ivkkt.20216412.2y.
6. **Useinov A., Reshetov V., Gusev A., Gladkih E.** Optical spectroscopy combined in situ with instrumented indentation. *J. Appl. Phys.* 2022. V. 132. N 12. P. 121101. DOI: 10.1063/5.0099166.
7. **Liu M., Lin J.Y., Lu C., Tieu K.A., Zhou K., Koseki T.** Progress in indentation study of materials via both experimental and numerical methods. *Crystals.* 2017. V. 7. N 10. DOI: 10.3390/cryst7100258.
8. **Angel R.J., Murri M., Mihailova B., Alvaro M.** Stress, strain and Raman shifts. *Zeitschrift für Krist. - Cryst. Mater.* 2018. V. 234. N 2. P. 129–140. DOI: 10.1515/zkri-2018-2112.
9. **Tuschel D.** Stress, strain, and Raman spectroscopy. *Spectroscopy.* 2019. V. 34. N 9. P. 10–21.
10. **Khanolkar A., Wang Y., Dennett C.A., Hua Z., Mann J.M., Khafizov M., Hurley D.H.** Temperature-dependent elastic constants of thorium dioxide probed using time-domain Brillouin scattering. *J. Appl. Phys.* 2023. V. 133. N 19. P. 195101. DOI: 10.1063/5.0148866.

11. Nance J., Subhash G., Sankar B., Haftka R., Kim N.H., Deck C., Oswald S. Measurement of residual stress in silicon carbide fibers of tubular composites using Raman spectroscopy. *Acta Mater.* 2021. V. 217. P. 117164. DOI: 10.1016/j.actamat.2021.117164.
12. Guo H.J., Ling C., Busso E.P., Zhong Z., Li D.F. Crystal plasticity based investigation of micro-void evolution under multi-axial loading conditions. *Int. J. Plast.* 2020. V. 129. P. 102673. DOI: 10.1016/j.ijplas.2020.102673.
13. Broitman E. Indentation hardness measurements at macro-, micro-, and nanoscale: A critical overview. *Tribol. Lett.* 2017. V. 65. N 1. DOI: 10.1007/s11249-016-0805-5.
14. Larsson P.L., Olsson E. Plastic zone size at sharp indentation contact of classical elastic-plastic materials: Behavior at linear strain hardening. *J. Test. Eval.* 2017. V. 45. N 5. DOI: 10.1520/JTE20160140.
15. Гладких Е.В., Кравчук К.С., Усеинов А.С., Никитин А.А., Рогожкин С.В. Сравнение эффектов упрочнения сталей Eurofer97 и ODS Eurofer, возникающих под действием ионного облучения. *Изв. вузов. Химия и хим. технология.* 2020. V. 63. Вып. 12. P. 57–62. DOI: 10.6060/ivkkt.20206312.2y.
16. Zhang X., Sun S., Xu T., Zhang T. Temperature dependent Grüneisen parameter. *Sci. China Technol. Sci.* 2019. V. 62. N 9. P. 1565–1576. DOI: 10.1007/s11431-019-9526-3.
17. Seehaus M., Lee S.H., Stollenwerk T., Wheeler J.M., Korte-Kerzel S. Estimation of directional single crystal elastic properties from nano-indentation by correlation with EBSD and first-principle calculations. *Mater. Des.* 2023. V. 234. P. 112296. DOI: 10.1016/j.matdes.2023.112296.
18. Kumar R., Tanwar M. Effect of some physical perturbations and their interplay on Raman spectral line shapes in silicon: A brief review. *J. Raman Spectrosc.* 2021. V. 52. N 12. P. 2100–2118. DOI: 10.1002/jrs.6272.
19. Roisin N., Colla M.S., Raskin J.P., Flandre D. Raman strain-shift measurements and prediction from first-principles in highly strained silicon. *J. Mater. Sci. Mater. Electron.* 2023. V. 34. N 5. P. 373. DOI: 10.1007/s10854-022-09769-3.
20. Wu B.R. Vibrational properties of Si and Ge under high pressures. *Chinese J. Phys.* 2006. V. 44. P. 454–466.
21. Mayer A.P., Wehner R.K. Calculation of Grüneisen constants in Si. *Phys. Status Solidi.* 1984. V. 126. N 1. P. 91–103. DOI: 10.1002/pssb.2221260112.
11. Nance J., Subhash G., Sankar B., Haftka R., Kim N.H., Deck C., Oswald S. Measurement of residual stress in silicon carbide fibers of tubular composites using Raman spectroscopy. *Acta Mater.* 2021. V. 217. P. 117164. DOI: 10.1016/j.actamat.2021.117164.
12. Guo H.J., Ling C., Busso E.P., Zhong Z., Li D.F. Crystal plasticity based investigation of micro-void evolution under multi-axial loading conditions. *Int. J. Plast.* 2020. V. 129. P. 102673. DOI: 10.1016/j.ijplas.2020.102673.
13. Broitman E. Indentation hardness measurements at macro-, micro-, and nanoscale: A critical overview. *Tribol. Lett.* 2017. V. 65. N 1. DOI: 10.1007/s11249-016-0805-5.
14. Larsson P.L., Olsson E. Plastic zone size at sharp indentation contact of classical elastic-plastic materials: Behavior at linear strain hardening. *J. Test. Eval.* 2017. V. 45. N 5. DOI: 10.1520/JTE20160140.
15. Gladkikh E.V., Kravchuk K.S., Useinov A.S., Nikitin A.A., Rogozhkin S.V. Comparison of hardening effects of Eurofer97 and ODS Eurofer steels under ion irradiation. *ChemChemTech [Изв. Vyssh. Uchebn.Zaved. Khim. Khim. Tekhnol.]*. 2020. V. 63. N 12. P. 57–62 (in Russian). DOI: 10.6060/ivkkt.20206312.2y.
16. Zhang X., Sun S., Xu T., Zhang T. Temperature dependent Grüneisen parameter. *Sci. China Technol. Sci.* 2019. V. 62. N 9. P. 1565–1576. DOI: 10.1007/s11431-019-9526-3.
17. Seehaus M., Lee S.H., Stollenwerk T., Wheeler J.M., Korte-Kerzel S. Estimation of directional single crystal elastic properties from nano-indentation by correlation with EBSD and first-principle calculations. *Mater. Des.* 2023. V. 234. P. 112296. DOI: 10.1016/j.matdes.2023.112296.
18. Kumar R., Tanwar M. Effect of some physical perturbations and their interplay on Raman spectral line shapes in silicon: A brief review. *J. Raman Spectrosc.* 2021. V. 52. N 12. P. 2100–2118. DOI: 10.1002/jrs.6272.
19. Roisin N., Colla M.S., Raskin J.P., Flandre D. Raman strain-shift measurements and prediction from first-principles in highly strained silicon. *J. Mater. Sci. Mater. Electron.* 2023. V. 34. N 5. P. 373. DOI: 10.1007/s10854-022-09769-3.
20. Wu B.R. Vibrational properties of Si and Ge under high pressures. *Chinese J. Phys.* 2006. V. 44. P. 454–466.
21. Mayer A.P., Wehner R.K. Calculation of Grüneisen constants in Si. *Phys. Status Solidi.* 1984. V. 126. N 1. P. 91–103. DOI: 10.1002/pssb.2221260112.

Поступила в редакцию 24.04.2024

Принята к опубликованию 13.06.2024

Received 24.04.2024

Accepted 13.06.2024