

ПРИМЕНЕНИЕ ИНДЕНТОРА-ОБЪЕКТИВА ДЛЯ ОПТИЧЕСКОЙ СПЕКТРОСКОПИИ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ МАТЕРИАЛОВ

В.Н. Решетов, А.С. Усеинов, Г.Х. Султанова, И.А. Кудряшов, К. Будич

Владимир Николаевич Решетов, Гульназ Хакимовна Султанова

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

Алексей Серверович Усеинов *

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

E-mail: useinov@mail.ru *

Игорь Александрович Кудряшов, Кристиан Будич

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

Рассмотрены возможности использования инденторов-объективов для оптических и спектрометрических исследований локальных свойств и структуры материалов. Такие инденторы благодаря специальной огранке позволяют получать полноценное оптическое изображение исследуемой области поверхности образца во время выполнения измерений методами индентирования и царапания. На противоположных концах такого алмазного индентора формируются две центрально симметричные пирамиды Берковича, повернутые относительно друг друга на 60°. Эти пирамиды образуют три плоскопараллельных пластины, через которые квазипараллельный пучок света от микроскопа проходит, не претерпевая полного внутреннего отражения, как к образцу, так и обратно. Представленные данные получены с использованием индентора в форме двухсторонней трехгранной пирамиды Берковича. Продемонстрировано измерение спектров рассеяния Рамана и Мандельштама-Бриллюэна из области под индентором с помощью серийных спектрометров. Показано, что, комбинируя оптические и механические методы исследования, можно получить детальную информацию о фазовом состоянии вещества при интенсивной пластической деформации. Предложенный подход применим как к прозрачным, так и непрозрачным материалам, поскольку наблюдение происходит через прозрачный алмазный индентор-объектив. Обсуждается возможность одновременного картографирования оптических и механических свойств исследуемого материала с пространственной привязкой получаемых данных с микронной точностью. Продемонстрировано отслоение алмазоподобной пленки при индентировании, изменение фазового состава кремния в области развитой пластической деформации, измеренного методом Рамановской спектроскопии, рассчитана скорость звука в деформированном алмазном индентором пластике методом рассеяния Мандельштама-Бриллюэна. Ожидается, что данный подход, совмещающий оптические и механические методы исследования, будет продуктивным при исследовании высокомолекулярных полимерных материалов и фармацевтических препаратов, склонных к формированию поликристаллических структур и попадающих в разные конформационные состояния.

Ключевые слова: прозрачный индентор, спектроскопия комбинационного рассеяния, бриллюэновская спектроскопия, индентирование

Для цитирования:

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. Т. 64. Вып. 12. С. 34–40

For citation:

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. *ChemChemTech [Izv. Vyssh. Uchebn. Zaved. Khim. Khim. Tekhnol.].* 2021. V. 64. N 12. P. 34–40

APPLICATION OF AN INDENTER-OBJECTIVE FOR OPTICAL SPECTROSCOPY OF THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF MATERIALS

V.N. Reshetov, A.S. Useinov, G.Kh. Sultanova, I.A. Kudryashov, K. Budich

Vladimir N. Reshetov, Gul'naz Kh. Sultanova

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 Region, 141701, Russia

Aleksey S. Useinov*

Technological Institute for Superhard and Novel Carbon Materials, Tsentralnaya st., 7a, Troitsk, Moscow, 108840, Russia

E-mail: useinov@mail.ru *

Igor' A. Kudryashov, Kristian Budich

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

We considered the possibilities of using indenter-objectives for optical and spectrometric studies of local properties and structure of materials. Due to their special faceting, such indenters allow obtaining a full-fledged optical image of the investigated area of the sample surface during measurements by indentation and scratching methods. The diamond indenter has two centrally symmetric Berkovich pyramids, rotated relative to each other by 60 °, at its opposite ends. These pyramids form three plane-parallel plates, through which a quasi-parallel light beam from the microscope passes, without undergoing total internal reflection, both to the sample and to back. We obtained the presented data via an indenter in the form of a two Berkovich pyramids. We demonstrated the Raman and Mandelstam-Brillouin scattering spectra from the region under the indenter using serial spectrometers. It appears that by combining optical and mechanical research methods, it is possible to obtain detailed information on the phase state of a substance under severe plastic deformation. The proposed approach is applicable to both transparent and opaque materials, since observation occurs through a transparent diamond indenter objective. We discussed the possibility of simultaneous mapping of the optical and mechanical properties of the material under study with the spatial referencing of the obtained data with micron accuracy. We demonstrated detachment of a diamond-like film during indentation, a change in the phase composition of silicon in the region of developed plastic deformation of honey using Raman spectroscopy, the speed of sound in plastic deformed by a diamond indenter was measured by the Mandelstam-Brillouin scattering method. We expect that this approach, which combines optical and mechanical research methods, will be productive in the study of high molecular weight polymeric materials and pharmaceuticals prone to the formation of polycrystalline structures and falling into different conformational states.

Key words: transparent indenter, Raman spectroscopy, Brillouin spectroscopy, indentation

ВВЕДЕНИЕ

Оптическая спектроскопия является одним из мощнейших инструментов, применяемых в химических и физических науках для изучения структуры широкого круга материалов [1, 2].

Развитие экспериментальных методов исследования предполагает не только повышение точности какого-то конкретного метода измерения, но и возможность совмещения разноплановых измерений в ходе одного эксперимента [3]. Ярким примером такого подхода является использование

оптической спектроскопии для изучения свойств деформированного материала в области под индентором в методах индентирования (локального нагружения поверхности заостренным наконечником) [4, 5].

Достаточно долго такие исследования носили ограниченный характер и проводились только для прозрачных материалов [5], поскольку заглянуть в область под индентором мешала традиционная геометрия индентора и эффект полного внутреннего отражения, препятствующий прохождению света в интересующую область пространства.

Поэтому применение методов спектроскопии одновременно с индентированием было возможно либо при наблюдении с разных сторон [6], либо после индентирования при наблюдении оптическими методами [7] или рамановской спектроскопией [8], когда все переходные процессы уже завершены.

Предложенная в статье [9] конструкция индентора-объектива решает ключевую проблему – отсутствие возможности оптически наблюдать области под индентором – и позволяет создать новые приборы и методы для исследования сложноплавленного состояния материала в области индентирования целым комплексом оптических методик.

В данной работе обсуждаются варианты конструктивного исполнения индентора-объектива, а также возможности такого инструмента с точки зрения визуального исследования характера разрушения пленок и покрытий, поиска фазовых переходов в области индентирования методом Рамановской спектроскопии, исследования Бриллюэновских спектров и изменчивости модулей упругости деформированного пластика. Данный подход может оказаться крайне продуктивным при исследовании высокомолекулярных полимерных материалов и фармацевтических препаратов, склонных к формированию поликристаллических структур и попадающих в разные конформационные состояния.

ПРОЗРАЧНЫЙ ИНДЕНТОР

Обычно при инструментальном индентировании используются наконечники Берковича, имеющие форму правильной трехгранной пирамиды с углом между высотой и гранью $\alpha_1 = 65,3^\circ$ [10]. Плоское основание индентора, как правило, перпендикулярно высоте пирамиды. При освещении такой пирамиды со стороны основания пучком света, параллельным ее высоте, угол между направлением света и гранью составит $\alpha_2 = 24,7^\circ$, что превышает угол полного внутреннего отражения для алмаза, имеющего показатель преломления 2,4. Поэтому наблюдение поверхности материала через основание и вершину пирамиды Берковича невозможно. При внедрении наконечника в поверхность материала условия полного внутреннего отражения могут быть нарушены, и область контакта окажется видимой [9].

Для преодоления данной трудности предложена геометрия индентора, при которой на противоположных концах алмазного цилиндра формируются две центрально симметричные пирамиды Берковича, повернутые относительно друг друга на

60° . Эти пирамиды фактически формируют три плоскопараллельные пластины, через которые квазипараллельный пучок света от микроскопа проходит, не претерпевая полного внутреннего отражения, как к образцу, так и обратно [11, 12].

Данный подход, позволяющий наблюдать поверхность через индентор, может быть реализован для наконечников в форме Виккерса, Кнупа и любых других самоподобных инденторов. Данный подход позволяет изготавливать индентор-объектив и в форме фигуры вращения.

Подбирая вертикальный размер такого индентора, можно добиться, чтобы линзовая поверхность, образованная нижней частью индентора, собирала оптические лучи в фокусе линзы, образованной верхней поверхностью. Тогда квазипараллельный пучок света, отраженного поверхностью образца, останется квазипараллельным и после прохождения индентора, и мы получим полноценное, всего лишь перевернутое, изображение области индентирования.

Отдельного упоминания требует гибридная форма индентора-объектива, когда у него срезается кончик верхней (нерабочей) пирамидальной части. В эту область проецируется периферическая часть наблюдаемой поверхности, поэтому, сформировав там отполированную площадку, мы получаем возможность заглянуть в область, находящуюся непосредственно под вершиной индентора и в ее окрестности. В этой области индентор и образец находятся в непосредственном механическом и оптическом контакте, и полное внутреннее отражение не будет мешать спектральным исследованиям образца.

Благодаря уникальной возможности совмещения в едином инструменте функций оптической визуализации и механических испытаний новый тип инденторов удобно называть индентор-объектив, а способ наблюдения – transparent tip imaging (или сокращенно ТТИ) [9].

НАПРАВЛЕНИЯ РАЗВИТИЯ И ОБЛАСТИ ПРИМЕНЕНИЯ

Оптическое наблюдение in-situ. Наиболее простым и наглядным применением такого типа инденторов является возможность оптического прицеливания при индентировании и наблюдение процесса индентирования или царапания в режиме live video. Особый интерес при такого рода наблюдениях вызывает поведение материала вне области непосредственного контакта индентора и материала, то есть в той области, которая недоступна при

наблюдении через обычный пирамидальный индентор. Такая возможность в комбинации с набирающей популярность методами цифровой корреляции изображений (digital image correlation, DIC [13, 14]) открывает широкие возможности изучения в динамике деформационных процессов по периметру отпечатка.

Предложенный подход позволяет не только упростить задачу адресного позиционирования вершины индентора, но и открывает возможность количественного измерения невосстановленного отпечатка и анализа характера деформации поверхности образца и образования в нем трещин, пластических навалов и упругого прогиба контура поверхности непосредственно в процессе испытания (индентирования, царапания и т.п.). Более того, путем детального анализа яркости области индентирования можно регистрировать изменение коэффициента отражения от алмазной грани в месте возникновения непосредственного контакта алмаза с деформированной поверхностью, что позволяет определять размер реальной площади контакта материала с индентором.

Данное обстоятельство особенно важно при работе с эластичными материалами и материалами с высоким уровнем упругого восстановления отпечатка. При этом нет никаких ограничений на уровень прозрачности тестируемого материала. Поскольку оптические и спектрометрические наблюдения происходят со стороны алмазного индентора-объектива, то требование к прозрачности образца устраняется.

Идентификация локализованных фаз/границ/зерен спектроскопическими методами для исследования их механических свойств методом индентирования. Такого рода возможности важны при работе с гетерогенными материалами при размере зерна, находящемся в диапазоне (1-100) мкм [15], и разного рода многослойными покрытиями, которые могут отслаиваться в процессе эксплуатации [16, 17].

Более детальную информацию об изменении при индентировании и вариативности вдоль поверхности свойств материала можно получить, используя методы оптической спектроскопии наблюдая образец сквозь индентор-объектив. Примером постановки задачи на такого рода исследования может быть статья [18], где авторы чисто механическими методами пытаются отличить различные кристаллические формы молекулярного кристалла. Использование для решения этой задачи

методов Рамановской спектроскопии, осуществляемой через индентор – объектив, позволило бы существенно расширить объем получаемой информации и уверенно различить разные конформационные состояния.

Изучение полей напряжения под индентором по смещению и изменению ширины пиков на спектрах (например, путем растрового сканирования), в том числе, в многофазных композитах и тонких пленках, регистрация отслаивания без отрыва. Примером такого рода исследования процесса отслоения алмазоподобной пленки, то есть изменения состояния вещества, с помощью Рамановской спектроскопии является работа [6].

В данной работе путем картографирования спектров комбинационного рассеяния явно выделяется та область, где, несмотря на сохранение сплошности алмазоподобного покрытия, наблюдается его отслоение от кремниевой подложки.

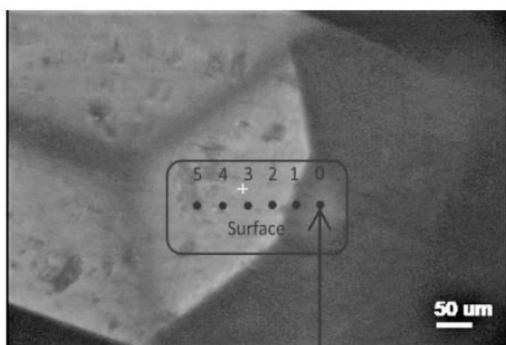
Изучение образования новых фаз, индуцированных локальным давлением в процессе индентирования (царапания, истирания, микрорезания). При развитой пластической деформации в веществе достаточно часто наблюдаются фазовые переходы и состояния, стабильные только в напряженном состоянии, когда атомарная структура сильно деформирована. Примерами такого рода исследования являются работы [11, 19].

Полученные с помощью индентора-объектива и Рамановского спектрометра данные однозначно указывают на возникновение хорошо известных фаз кремния в области индентирования. Измерения Рамановского сдвига производились при фиксированном положении области фокусировки зондирующего лазерного излучения по отношению к острию индентора. При этом по мере увеличения нагрузки на индентор и расширения области материала, подвергнутого пластической деформации, происходит хорошо заметное изменение измеряемого Рамановского спектра.

Данный факт обусловлен высоким уровнем неоднородности напряженного состояния материала в области под индентором и своеобразным осреднением регистрируемого спектра, как по площади, так и по глубине исследуемого материала. Данный фактор – осреднение измеряемого спектра по площади освещаемого пятна – следует принимать во внимание при исследовании напряженного состояния материала и возникающих фазовых переходов.

ИССЛЕДОВАНИЕ МЕТОДОМ СПЕКТРОСКОПИИ МАНДЕЛЬШТАМА-БРИЛЛЮЭНА УПРУГИХ ХАРАКТЕРИСТИК ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ В ОБЛАСТИ ПОД ИНДЕНТОРОМ-ОБЪЕКТИВОМ

Современная оптическая спектроскопия владеет широчайшим спектром методов исследования разнообразных свойств материалов. В данной работе с помощью алмазного индентора-объектива и метода спектроскопии спонтанного рассеяния света на тепловых колебаниях в твердых телах (акустических фононах) были определены модули упругости прозрачных образцов и их изменение в процессе индентирования. Данный метод при условии вариации угла падения света и контроле поляризации падающего лазерного и регистрируемого рассеянного излучения позволяет производить измерение полного тензора модуля упругости [20]. Для оптической конфигурации индентора-объектива определение всех компонент тензора упругости затруднительно из-за физических ограничений на величину угла падения излучения на образец. При этом основным параметром, используемым для определения упругих констант, является спектральный сдвиг линии излучения Мандельштама-Бриллюэна [21].



Наконечник индентора

Рис. 1. Микроскопное изображение поверхности образца и наконечника индентора на образце. В рамке показаны точки, в которых проводились спектральные измерения
Fig. 1. Microscopic image of the surface of the sample and the tip of the indenter on the sample. The points at which the spectral measurements were carried out are shown in the frame

Как было отмечено выше, ввод лазерного луча и регистрация спектрального сигнала через прозрачный алмазный индентор реализуется в геометрии обратного 180° рассеяния. На рис. 1 показано микроскопическое изображение поверхности образца и наконечника индентора на образце с ука-

занием точек, в которых проводились спектральные измерения. Всего было взято 6 точек. Наиболее различающиеся данные были получены в точках 0, 2, 3, что отражено на рис. 2.

При этом в спектре излучения изотропных материалов наблюдается единственный пик, соответствующий рассеянию лазерного света на продольных акустических фононах. Спектральный сдвиг этого пика ν позволяет рассчитать скорость продольных акустических волн V в среде и упругий модуль E P -волны, зная длину волны лазера в вакууме, показатель преломления и плотность материала [22].

В проведенных измерениях образец подвигался к индентору с помощью микрометрического винта до момента, когда на камере микроскопа появлялось изображение отпечатка индентора (рис. 2). Затем при фиксированном подводе в выбранных точках вдоль поверхности образца и в глубину регистрировались спектры рассеянного излучения. Данные о сдвиге спектральных линий, полученных с применением фиттирования стоксовской компоненты кривой псевдо-Войта, позволяют получить пространственное распределение зависимости скорости акустических волн (упругие свойства среды) в области деформации, созданной наконечником индентора. Расчеты производились в предположении неизменной плотности материала. Учет этого фактора не меняет кардинально полученный результат – рост скорости звука в области развитой пластической деформации, поскольку ожидаемое поведение плотности материала – это ее рост в условиях наличия всестороннего сжатия в области под индентором.

Спектральные измерения проводились с использованием микроскопа «Nanofinder 30A/Brillouin/Raman» (Tokyo Instruments, Japan). Использовался возбуждающий лазер с длиной волны 532 нм, объективы 10X0.25 и 20X0.45. Характерное пространственное разрешение при таких измерениях составило порядка 10-40 мкм в зависимости от используемого объектива.

На рис. 2а показаны спектры рассеяния Мандельштама-Бриллюэна, измеренные вдоль поверхности образца в точках 0, 1, 3. На Рис. 2б и 2в показаны зависимости положения пика спектральной линии от расстояния до наконечника индентора вдоль поверхности и в глубину образца. Данные о сдвиге спектральной линии были получены с применением фиттирования антистоксовой компоненты кривой псевдо-Войта.

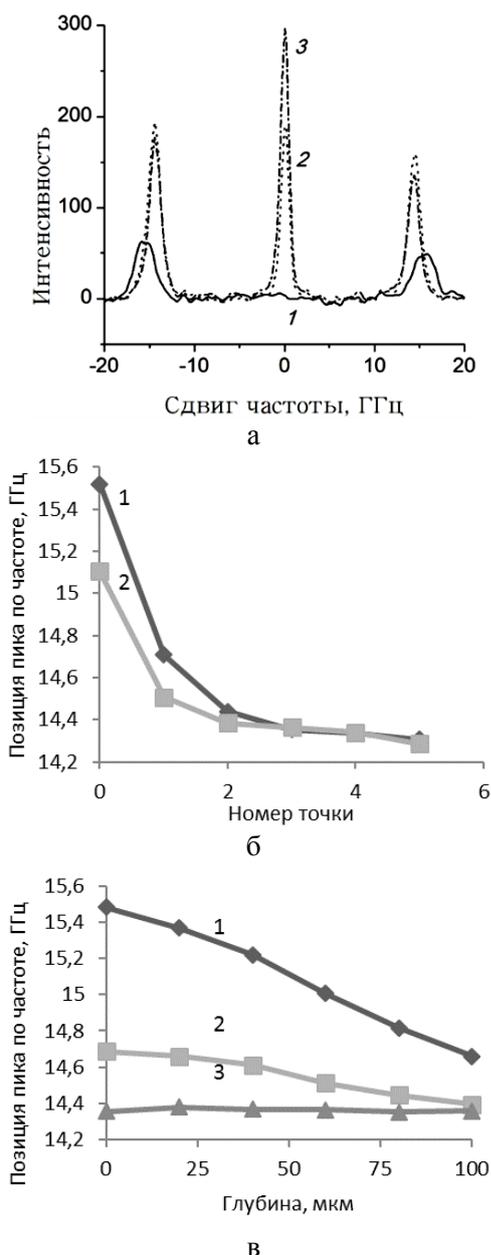


Рис. 2. а) Спектры Мандельштама-Бриллюэна вдоль поверхности образца (полистирол): 1 – точка 0, 2 – точка 1, 3 – точка 3. Объектив 20X0.45, мощность лазерного излучения после объектива 23 мВт, время накопления сигнала – 1 с. б) Зависимость положения пика спектральной линии в образце от расстояния до наконечника индентора: 1 – для поверхности, 2 – для глубины 50 мкм. в) Зависимость положения пика спектральной линии от глубины в образце (измерения производились в точках 0, 1, 3, см. рис.1, б): 1 – точка 0, 2 – точка 1, 3 – точка 3

Fig. 2. а) Mandelstam-Brillouin spectra along the sample surface (polystyrene): 1 – point 0, 2 – point 1, 3 – point 3. Objective 20X0.45, laser power after the objective 23 mW, signal accumulation time - 1 s. б) Dependence of the position of the peak of the spectral line in the sample on the distance to the tip of the indenter: 1 – for the surface, 2 – for a depth of 50 μm. в) Dependence of the position of the peak of the spectral line on the depth in the sample (measurements were made at points 0, 1, 3, shown in Fig. 1, b.): 1 – point 0, 2 – point 1, 3 – point 3.

ВЫВОД

Представленные в данной работе результаты указывают на широкие возможности использования предложенной конструкции индентора-объектива для комплексных исследований сложно-напряженного состояния вещества под индентором, изучения гетерогенных материалов, исследования многослойных покрытий и фазовых переходов, свойственных различным типам деформации и режимам микроразрушения вещества. Особо перспективным представляется сопряжение оптических методов с режимом инструментального индентирования, обладающим широкими возможностями в плане картографирования механических свойств любых материалов. Соединение в одном приборе передовых методов оптических и механических испытаний представляет несомненный интерес для широкого круга исследователей.

Исследование выполнено с использованием оборудования Центра коллективного пользования ФГБНУ ТИСНУМ «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 REFERENCES

1. **Cho M.** Two-dimensional optical spectroscopy. Boca Raton: CRC Press. 2009. 379 p. DOI: 10.1201/9781420084306.
2. **Tian D., Xu Z., Liu L., Zhou Z., Zhang J., Zhao X., Hartmaier A., Liu B., Song L., Luo X.** In situ investigation of nanometric cutting of 3C-SiC using scanning electron microscope. *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 2021. V. 115. N 7–8. P. 2299–2312. DOI: 10.1007/s00170-021-07278-x.
3. **Sun Y.E., Jia Y.E., Minor A.M., Balk T.J.** In situ indentation of nanoporous gold thin films in the transmission electron microscope. *Microsc. Res. Tech.* 2009. V. 72. N 3. P. 232–241. DOI: 10.1002/jemt.20676.
4. **Sakai M., Hakiri N., Miyajima T.** Instrumented indentation microscope: A powerful tool for the mechanical characterization in microscales. *J. Mater. Res.* 2006. V. 21. N 9. P. 2298–2303. DOI: 10.1557/jmr.2006.0276.
5. **Miyajima T., Sakai M.** Optical indentation microscopy – a new family of instrumented indentation testing. *Philos. Mag.* 2006. V. 86. N 33–35. P. 5729–5737. DOI: 10.1080/14786430600788947.
6. **Manimunda P., Syed Asif S.A., Mishra M.K.** Probing stress induced phase transformation in aspirin polymorphs using Raman spectroscopy enabled nanoindentation. *Chem. Commun.* 2019. V. 55. N 62. P. 9200–9203. DOI: 10.1039/c9cc04538d.

7. **Juliano T., Domnich V., Gogotsi Y.** Examining pressure-induced phase transformations in silicon by spherical indentation and Raman spectroscopy: A statistical study. *J. Mater. Res.* 2004. V. 19. N 10. P. 3099–3108. DOI: 10.1557/JMR.2004.0403.
8. **Shikimaka O., Prisacaru A., Burlacu A.** Effect of Long-Term Holding Under Contact Loading on the Specific Features of Phase Changes in Silicon. *Mater. Sci.* 2015. V. 51. N 3. P. 405–411. DOI: 10.1007/s11003-015-9855-3.
9. **Maslenikov I.I., Reshetov V.N., Useinov A.S., Doronin M.A.** In Situ Surface Imaging Through a Transparent Diamond Tip. *Instruments Exp. Tech.* 2018. V. 61. N 5. P. 719–724. DOI: 10.1134/S002044121804022X.
10. **Zong W.J., Wu D., He C.L.** Radius and angle determination of diamond Berkovich indenter. *Meas. J. Int. Meas. Confed.* 2017. V. 104. P. 243–252. DOI: 10.1016/j.measurement.2017.03.035.
11. **Maslenikov I.I., Reshetov V.N., Useinov A.S.** In-situ Raman mapping during indentation. *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.* 2019. V. 699. N 1. P. 1433–1435. DOI: 10.1088/1757-899X/699/1/012027.
12. **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.
13. **Liu H., Ma J., Tang A., Tang J., Zhang C., Zhang L., Shen Y.** True stress-strain curve extraction from ion-irradiated materials via small tensile, small punch and nanoindentation tests: Method development and accuracy/consistency verification. *Nucl. Fusion.* 2020. V. 60. N 5. DOI: 10.1088/1741-4326/ab7c2a.
14. **Ma S., Zhao Z., Wang X.** Mesh-based digital image correlation method using higher order isoparametric elements. *J. Strain Anal. Eng. Des.* 2012. V. 47. N 3. P. 163–175. DOI: 10.1177/0309324712437488.
15. **Duszová A., Halgaš R., Priputen P., Blanda M., Hvizdoš P., Lofaj F., Dusza J.** Nanohardness of individual phases in WC - Co cemented carbides. *Key Eng. Mat.* 2014. V. 586. P. 23–26. DOI: 10.4028/www.scientific.net/KEM.586.23.
16. **Wang Z., Tian C., Tolstogouzov A., Liang F., Zou C., Li S., Gusev S.I., Yousaf M.I., Pelenovich V., Zuo W., Fu D., Hu D.** Microstructure and rutherford backscattering spectrometry of hard/lubricant Mo-Ti-Al-N multilayered coatings prepared by multi-arc ion plating at low substrate rotation. *Coatings.* 2020. V. 10. N 2. DOI: 10.3390/coatings10020101.
17. **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. Т. 63. Вып. 12. С. 57–62. DOI: 10.6060/ivkkt.20206312.2y.
18. **Varughese S., Kiran M.S.R.N., Ramamurty U., Desiraju G.R.** Nanoindentation in crystal engineering: Quantifying mechanical properties of molecular crystals. *Angew. Chemie - Int. Ed.* 2013. V. 52. N 10. P. 2701–2712. DOI: 10.1002/anie.201205002.
19. **Gogotsi Y.G.** Phase transformations in materials studied by micro-Raman spectroscopy of indentations. *Mater. Res. Innov.* 1997. V. 1. N 1. P. 3–9. DOI: 10.1007/s100190050011.
20. **Shodja H.M., Ojaghnezhad F., Etehadieh A., Tabatabaei M.** Elastic moduli tensors, ideal strength, and morphology of stanene based on an enhanced continuum model and first principles. *Mech. Mater.* 2017. V. 110. P. 1–15. DOI: 10.1016/j.mechmat.2017.04.001.
21. **Fan D., Mao Z., Yang J., Lin J.-F.** Determination of the full elastic tensor of single crystals using shear wave velocities by Brillouin spectroscopy. *Am. Mineral.* 2015. V. 100. N 11–12. P. 2590–2601. DOI: 10.2138/am-2015-5311.
22. **Tran H., Clément S., Violla R., Vandembroucq D., Rufflé B.** Micro-Brillouin spectroscopy mapping of the residual density field induced by Vickers indentation in a soda-lime silicate glass. *Appl. Phys. Lett.* 2012. V. 100. N 23. DOI: 10.1063/1.4725488.

Поступила в редакцию 04.10.2021
Принята к опубликованию 26.10.2021

Received 04.10.2021
Accepted 26.10.2021