



## ПОЛУЧЕНИЕ ТОМОГРАММЫ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МЕТОДАМИ НАНОИНДЕНТИРОВАНИЯ

А.Усеинов, к.ф.-м.н.\*, К.Кравчук\*,  
И.Маслеников\* / useinov@mail.ru

Многоцикловое инструментальное наноиндентирование с частичным разгрузением обеспечивает получение объемных карт твердости и модуля упругости. На примере полимерных покрытий на подложке из полидиметилсилоксана авторами продемонстрированы преимущества нового подхода к изучению механических свойств приповерхностного объема материалов.

Одна из тенденций в познании свойств окружающего мира заключается в постоянном увеличении пространственных измерений эксперимента. Это в полной мере относится и к исследованию физико-механических свойств материалов. Если первые испытания делались индентированием (укалыванием в одной точке), то затем стало использоваться нанесение дорожек из уколов с построением профиля механических свойств, а современные нанотвердомеры наносят множество уколов по прямоугольной сетке на поверхности, что позволяет создать карту механических свойств.

Наибольший интерес всегда вызывали подходы, позволяющие заглянуть внутрь исследуемого объекта, будь то земная кора, тело человека или материал. Известны различные способы определения механических свойств материала в зависимости от глубины. Так, оптическая томография позволяет получать пространственное разрешение на уровне 100 мкм [1] и посредством достаточно сложного анализа данных определять значение модуля упругости [2]. Измерение механических свойств можно проводить и на основе наноиндентирования – в современных нанотвердомерах реализован метод с частичным разгрузением [3], позволяющий определять твердость и модуль упругости как функции глубины [4, 5]. Подобные измерения представляют интерес при

## OBTAINING OF TOMOGRAMS OF THE MECHANICAL PROPERTIES BY THE METHODS OF NANO-INDENTATION

A.Useinov, Ph.D.\*, K.Kravchuk\*,  
I.Maslenikov\* / useinov@mail.ru

High-cycle instrumental nano-indentation with a partial discharge ensures obtaining of 3-D cards of hardness and modulus of elasticity. On the example of the polymeric coatings on a substrate from polydimethylsiloxane the authors demonstrate the advantages of the new approach to studying of the mechanical properties of the near-surface volume of materials.

One of the trends in cognition of the properties of the around world consists in a constant increase of the spatial measurements of an experiment. This completely refers to the research of the physical-mechanical properties of the materials. If the first tests were done by indentation (pricking in one point), then paths of pricks were made with construction of a profile of the mechanical properties, and the modern nanodurometers implement a lot of pricks on a rectangular grid on a surface, which allows us to create a card of the mechanical properties.

The greatest interest has always been expressed to the approaches, allowing us to look inside of an investigated object, be it the earth crust, a human body or a material. Various ways are known for determination of the mechanical properties of a material depending on the depth. So, the optical tomography allows us to obtain a spatial resolution at the level of 100 microns [1] and by means of a rather complex analysis of data to determine the value of the modulus of elasticity [2]. Measurement of the mechanical properties can be done also on the basis of nano-indentation – the modern nanodurometers implement the method of a partial discharge [3], which allows us to determine hardness and modulus of elasticity as the depth functions [4, 5]. Such measurements are interesting for studying of the mechanical properties of the multilayered functional coatings and layers on the surface of a sample or inside of it. They are also useful for research of the modified samples (for example, processed by an ion irradiation or

\* Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов (ТИСНУМ), г. Москва, Троицк

\* Technological Institute of Superhard and New Carbon Materials (TISNUM), Troitsk, Moscow



изучении механических свойств многослойных функциональных покрытий и слоев на поверхности образца или внутри его. Они также полезны при исследовании модифицированных образцов (например, ионным облучением или плазменной обработкой), распределение свойств которых неоднородно по площади.

Авторы настоящей статьи совместили индентирование с частичной разгрузкой и картографированием механических свойств. На примере экспериментального исследования образцов полимерных покрытий путем совместной обработки большого числа экспериментальных кривых, получена результирующая томограмма, которая представляет собой объемную карту распределения модуля упругости и твердости образца.

### ПРИБОРЫ И МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ

Измерения проведены на сканирующем нанотвердомере "НаноСкан" [6-8]. Этот многофункциональный измерительный комплекс предназначен для исследования физико-механических свойств поверхности материалов в субмикронном масштабе. В нем реализовано более двух десятков измерительных методик, включая инструментальное индентирование, царапание, силовую спектроскопию, многоцикловое истирание, которые позволяют определять ключевые механические параметры материалов, в том числе шероховатость рельефа, твердость и модуль упругости (Юнга).

В приборе использован принцип многоциклового индентирования с частичным разгрузением. Для расчета механических свойств, как и в традиционном инструментальном наноиндентировании, используется участок кривой разгрузки [9]. Разгрузка производится до определенной доли максимальной нагрузки. В каждом следующем цикле осуществляется повторное нагружение до нагрузки, большей, чем в предыдущем цикле (рис.1). На рис.2 показана результирующая кривая нагрузки-разгрузки для 15-циклового индентирования с частичной разгрузкой до 50% от максимальной величины. Программное обеспечение позволяет изменять параметры испытаний, например, задавать количество циклов, алгоритм увеличения нагрузки (линейный, степенной, другие), скорость, время выдержки на участках релаксации. Таким образом, результаты обработки экспериментальной зависимости для одного многоциклового индентирования эквивалентны данным, получаемым при серии индентов с увеличивающейся нагрузкой, что позволяет для данного

plasma), the distribution of the surface properties of which is not uniform.

The authors of the presented article have combined the indentation with a partial discharge and mapping of the mechanical properties. On the example of an experimental research of the samples of the polymeric coatings by a joint processing of a big number of experimental curves they obtained a resultant tomogram, which is a 3-D card of distribution of the modulus of elasticity and hardness of the samples.

### MEASUREMENT DEVICES AND METHODS

Measurements were done on NanoScan scanning nanodurometer [6-8]. This multipurpose measuring complex is intended for research of the physical-mechanical properties of the surface of materials at a submicronic scale. It integrates more than twenty measuring techniques, including instrumental indentation, scratching, power spectroscopy and high-cycle abrasion, which allow us to determine the key mechanical parameters of the materials, including roughness of a relief, hardness and modulus of elasticity (Young modulus).

The device uses the principle of a high-cycle indentation with a partial discharge. For calculation of the mechanical properties it uses a section of a curved line of discharge, just like the traditional instrumental nano-indentation [9]. Discharge is done up to a certain share of the maximal load. In each subsequent cycle a repeated loading is done up to the level, higher than in the previous cycle (fig.1). Fig.2 presents the resultant charge-discharge curve for a 15-cycle indentation with a partial unloading up to 50%

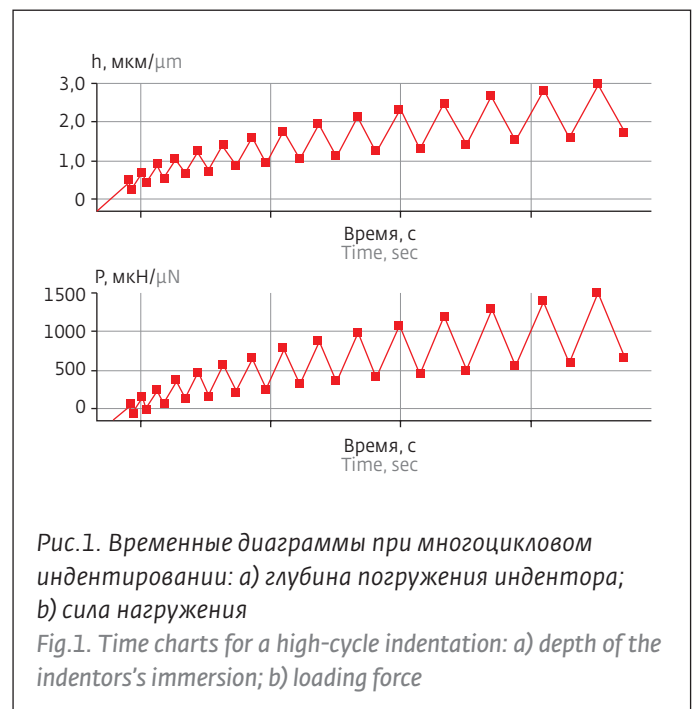


Рис.1. Временные диаграммы при многоцикловом индентировании: а) глубина погружения индентора; б) сила нагружения

Fig.1. Time charts for a high-cycle indentation: a) depth of the indenter's immersion; b) loading force



локального участка образца построить зависимость твердости и модуля упругости от глубины внедрения индентора.

### МЕТОД ТОМОГРАФИРОВАНИЯ

Применение многоциклового индентирования в сочетании с картированием позволяет определить распределение механических свойств материала в объеме (томограммы). Диапазон построения томограммы зависит от максимальной глубины проникновения индентора в образец. Метод протестирован на образцах коммерческих полимерных покрытий (№1 и №2), нанесенных на подложку из полидиметилсилоксана и разделенных граничной зоной. В качестве материала для калибровки формы индентора использовался поликарбонат.

В эксперименте предельная глубина индентирования равнялась 10 мкм. Разрешение прибора позволяет начинать измерение механических свойств с глубин в несколько десятков нанометров. Латеральное разрешение томограммы определяется расстоянием между соседними отпечатками, которое зависит от их размера. Томографированию подвергалась область размером 3×3 мм, на которой наносилась регулярная сетка многоциклового укола по описанной выше процедуре. Время измерений составило 6 ч.

Томограммы твердости и модуль упругости показаны на рис.3. Результаты визуализировались с помощью специального программного обеспечения. Для представления объемных данных твердости и модуля упругости образцов использовалась температурная цветовая палитра, а также функция прозрачности. В соответствии с введенными обозначениями, более твердые участки видны за более прозрачными мягкими. С учетом интерполяции данных результирующие объемные карты содержат 60×60×204 точек.

Как видно из полученных численных результатов, покрытие №1 имеет существенно более высокие прочностные свойства, чем №2. Так, модули упругости покрытий на глубине 1 мкм составляют 4 и 1,5 МПа соответственно. Полученные численные результаты демонстрируют трехкратное уменьшение твердости и модуля упругости покрытий на глубине от 1 до 10 мкм.

Особый интерес представляет поведение материала на границе раздела двух покрытий. Томограмма показывает, что граница раздела имеет более высокие модули упругости (7 МПа на глубине 1 мкм), при этом она минимально изменяется с увеличением глубины (5 МПа на глубине 10 мкм). Как видно на рис.3, ширина граничной

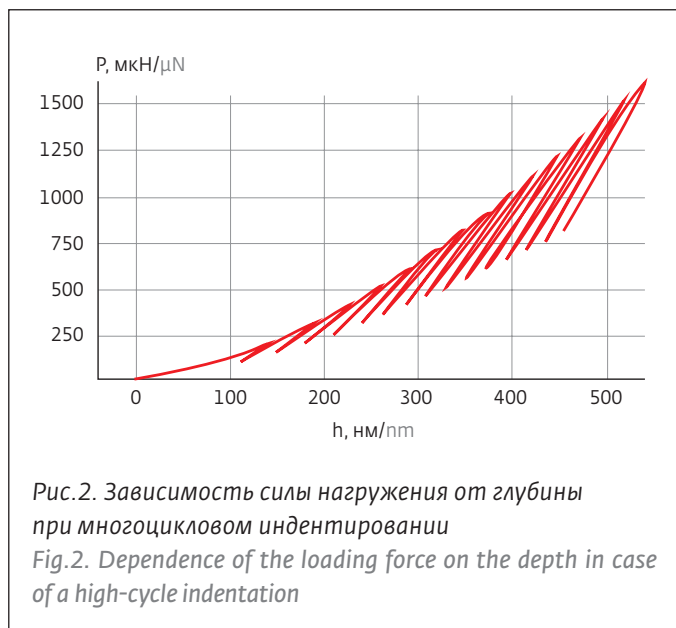


Рис.2. Зависимость силы нагружения от глубины при многоциклового индентировании

Fig.2. Dependence of the loading force on the depth in case of a high-cycle indentation

of the maximal value. Software allows us to change the parameters of the tests, for example, to set the number of cycles, algorithm of a loading increase (linear, power, etc.), speed, and waiting time in the relaxation sites. Thus, the results of processing of the experimental dependence for one high-cycle indentation are equivalent to the data received in a series of indents with an increasing loading, which allows us to construct a dependence of hardness and modulus of elasticity on the depth of introduction of an indenter for the given local site of the sample.

### TOMOGRAPHY METHOD

Application of high-cycle indentation in a combination with mapping allows us to determine distribution of the mechanical properties of a material in the volume (tomogram). The range of construction of a tomogram depends on the maximal depth of an indenter in a sample. The method was tested on the samples of commercial polymeric coatings (№1 and №2), deposited on a substrate from polydimethylsiloxane and divided by a boundary zone. The material used for calibration of the form of the indenter was polycarbonate.

In the experiment the limiting depth of indentation equaled to 10 microns. Resolution of the device allowed us to begin measurement of the mechanical properties from the depths of several tens of nanometers. The lateral resolution of the tomogram was determined by the distance between the neighboring prints, which depended on their size. The area subjected to tomography was 3×3 mm in size, on which a regular grid of high-cycle pricks was done in accordance with the procedure described above. Time of measurements was 6 hours. Images of the tomograms of hardness and modulus of elasticity are presented in fig.3. The results were visualized



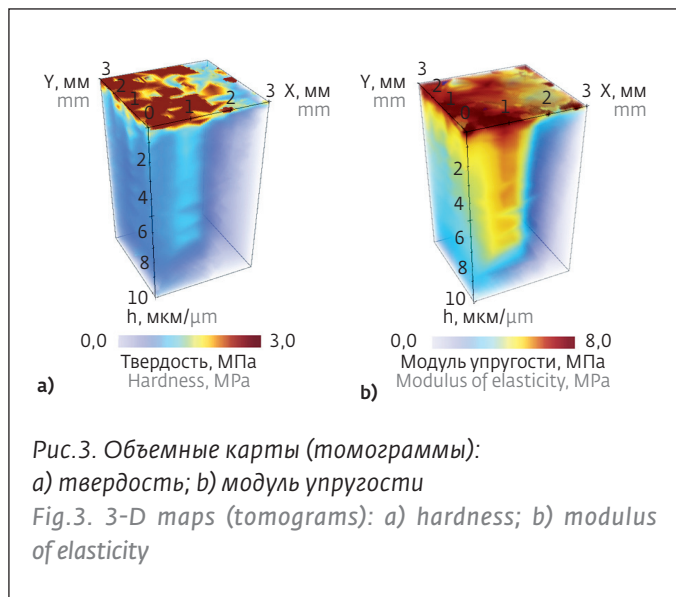


области, характеризующейся лучшими механическими свойствами, составляет около 1 мм.

В целом построение объемных карт распределения механических свойств – весьма информативный способ исследования приповерхностных слоев материалов. Широкий выбор настраиваемых параметров, высокая скорость испытаний и автоматизация обработки данных обеспечивают мощный инструмент для изучения физико-механических свойств. При этом получаемые данные могут быть представлены в виде привычных двухмерных графиков или трехмерных карт по любым выбранным пространственным измерениям. Таким образом, томографирование при исследовании механических свойств открывает новые возможности изучения скрытых дефектов, а также градиентов твердости и модуля упругости в приповерхностном объеме различных образцов.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Sakadzic S., Wang L.V. High-resolution ultrasound-modulated optical tomography in biological tissues. – *Optics Letters*, 2004, vol.29, no.23, p.2770.
2. Chandran R.S. et al. Ultrasound modulated optical tomography: Young's modulus of the insonified region from measurement of natural frequency of vibration. – *Optics Express*, 2011, vol.19, no.23, p.1151.
3. Bell T. et al. The determination of surface plastic and elastic properties by ultra micro-indentation. – *Metrologia*, vol.1991, p.463.
4. Pezoldt J. et al. Mechanical properties of cubic SiC, GaN and AlN thin films. – *Mater. Sci. Forum*, May 2012, vol.717–720, p.513.
5. Zhu T. et al. Size effect in the initiation of plasticity for ceramics in nanoindentation. – *J. Mech. Phys. Solids*, 2008, vol.56, no.4, p.1170.
6. Усеинов А.С. и др. Измерение твердости. Контроль формы наконечника. – *Наноиндустрия*, 2013, т.40, №2, с.38.
7. Усеинов А.С. и др. Физико-механические свойства силоксанового покрытия на полимерных подложках. – *Пластические массы*, 2012, №4, с.14.
8. Useinov A.S., Useinov S.S. Scratch hardness evaluation with in-situ pile-up effect estimation. – *Philosophical Magazine*, 2012, vol.92, issue 25–27, p.3188.
9. Oliver W.C., Pharr G.M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. – *J. Mater. Res.*, 1992, №1, p.3.



by means of special software. For presentation of the volume data of the hardness and modulus of elasticity of the samples, a temperature color palette and also a transparency function were used. In accordance with the introduced signs, the harder sites are visible through the more transparent soft sites. With account of interpolation of the data, the resultant volume maps contain 60×60×204 pixels.

As is visible from the received numerical results, coating №1 has essentially higher hardness properties, than №2. Thus, at the depth of 1 micron the moduli of elasticity of the coatings are equal to 4 and 1.5 MPa, accordingly. The received numerical results demonstrate a triple reduction of hardness and modulus of elasticity of the coatings at the depth from 1 up to 10 microns.

Of special interest is the behavior of a material on the borderline of two coatings. The tomogram shows, that in the borderline the modulus of elasticity is higher (7 MPa at the depth of 1 micron), at that, with a depth increase its change is minimal (5 MPa at the depth of 10 microns.). As one can see in fig.3, the width of the boundary area characterized by better mechanical properties is about 1 mm.

As a whole, construction of 3-D maps of distribution of the mechanical properties is a rather informative way of research of the near-surface layers of materials. A wide choice of the adjustable parameters, high speed of tests and automation of the data processing are powerful tools for studying of the physical-mechanical properties. At that, the obtained data can be presented in the form of traditional two-dimensional charts or 3-D maps by any selected spatial measurements. Thus, in research of the mechanical properties tomography opens new opportunities for studying of the latent defects, and also of the gradients of hardness and modulus of elasticity in the near-surface volume of various samples. ■

