ПОСТРОЕНИЕ ОБЪЕМНЫХ КАРТ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ В РЕЖИМЕ ДИНАМИЧЕСКОГО МЕХАНИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

OBTAINING OF THREE-DIMENSIONAL MAPS OF MECHANICAL PROPERTIES IN DYNAMIC MECHANICAL ANALYSIS MODE

И. Маслеников¹, Е. Гладких¹, А. Усеинов¹, В. Решетов², Б. Логинов³ / useinov@mail.ru
I.Maslenikov¹, E.Gladkih¹, A.Useinov¹, V.Reshetov², B.Loginov³

В статье приведено описание методики построения объемной карты (томограммы) распределения твердости и модуля упругости (Юнга) по данным, полученным в режиме динамического механического анализа (DMA). В качестве объекта испытаний использовалась тонкая пленка меди на подложке из стекла.

The article describes the method for constructing a three-dimensional map (tomogram) of the distribution of hardness and modulus of elasticity (Young's modulus) based on dynamic mechanical analysis (DMA) mode. A thin film of copper on a glass substrate was used as test object.

Эволюция методов измерения механических свойств, в особенности твердости и модуля упругости (Юнга), привела к переходу от 0-мерных измерений (измерение в одной точке поверхности при заданном значении нагрузки) к определению пространственных зависимостей. Сегодня де-факто стандартным подходом стало получение профилей или карт механических свойств путем выполнения большого количества измерений с привязкой к координатам на поверхности образца.

Указанные изменения в значительной мере обусловлены развитием измерений твердости и модуля упругости методом инструментального индентирования [1]. В основе данного метода лежит регистрация и анализ зависимости приложенной к индентору нагрузки от глубины его внедрения в материал. Одним из основных достоинств инструментального индентирования является возможность автоматизации проведения измерений и обработки результатов.

Отдельным направлением развития методов, основанных на инструментальном индентировании, является построение зависимости механических свойств от глубины внедрения индентора в поверхность материала. Это достигается либо за счет серии уколов с различной максимальной нагрузкой, либо с помощью многоциклового индентирования с частичным снятием нагрузки (partial unloading indentation, PUL), либо в режиме динамического механического анализа (dynamic mechanical analysis, DMA). В основе метода DMA лежит способ нагружения, при котором к монотонному вдавливанию иглы в образец с линейной разверткой нормальной нагрузки или глубины внедрения добавляется гармоническая сила заданной амплитуды [2]. Измеренные значения амплитуды и фазы смещения, а также величины средних за период колебаний силы и углубления в образец позволяют вычислить значения модуля упругости, модуля потерь и твердости материала. Причем три последние величины являются практически непрерывными функциями глубины h .

¹ Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов (ТИСНУМ) / Technological Institute for Superhard and Novel Carbon Materials.

² Национальный исследовательский ядерный университет "МИФИ" / National Research Nuclear University MEPhI.

³ Национальный исследовательский университет "МИЭТ" / National Research University of Electronic Technology MIET.

Рис.1. Сканирующий нанотвердомер "НаноСкан-4D"

Fig.1. NanoScan-4D scanning nano-hardness tester

Комбинация перечисленных способов профилирования механических свойств приповерхностного объема образца с возможностью прецизионного латерального позиционирования индентора позволяют реализовать целый комплекс методов исследования пространственной неоднородности механических

свойств. Особенно актуальны такие задачи для объектов, структурированных либо в направлении нормали к поверхности (покрытия, пленки), либо в латеральной плоскости (гетероструктуры, многофазные материалы, топологически структурированные микро- и наноразмерные объекты).

Evolution of methods for measurement of mechanical properties, especially of hardness and elastic modulus (Young's modulus), has resulted in a transition from a 0-dimensional measurement (measuring in one point of the surface at a given load value) to the determination of spatial dependencies. Today the de facto standard approach is obtaining profiles or maps of mechanical properties by number of measurements with reference to the coordinates on the sample surface.

These changes are largely caused by the development of measurements of hardness and elastic modulus by instrumental indentation [1]. This method is based on registration and analysis of dependence between the load applied to

the indenter and depth of its penetration into the material. One of the main advantages of instrumental indentation is the possibility of automating the measurements and data processing.

The separate direction of development of methods based on instrumental indentation is the determination of the dependence of mechanical properties on the depth of penetration of the indenter into the surface of the material. This is achieved either through a series of pricks with various maximum load or using multicyclic indentation with partial removal of the load (partial unloading indentation, PUL) or in the dynamic mechanical analysis (DMA) mode. DMA is based on the loading at which the harmonic

force of given amplitude is added to monotonic indentation of the needle with a linear sweep of a normal load or depth of penetration [2]. The measured amplitude and phase shift, as well as average for the period of oscillation magnitudes of the force and penetration into the sample, allow to determine elastic modulus, loss modulus and hardness of the material. And the last three quantities are almost continuous functions of the depth h .

The combination of these methods of profiling of the mechanical properties of the subsurface volume of the sample with the possibility of high-precision lateral positioning of the indenter allow to implement a wide set of methods for study of spatial inhomogeneity of

Рис.2. Профиль поперечного сечения царапины
Fig.2. Cross-sectional profile of the scratch

Все перечисленные методы измерений реализованы в сканирующем нанотвердомере "НаноСкан-4D" (ФГБНУ "ТИСНУМ", Россия). Нанотвердомеры "НаноСкан" являются единственными отечественными серийными измерительными приборами, позволяющими проводить комплексные исследования физико-механических свойств материалов при субмикрометровом и нанометровом масштабе линейных размеров [3-7]. Общий вид прибора приведен на рис.1. Приборы "НаноСкан" оснащены моторизованным предметным столиком для позиционирования индентора в пло-

скости XY над поверхностью образца с высокой точностью. Специализированный язык макрокоманд позволяет программировать выполнение больших серий измерений в автоматизированном режиме.

ПРОВЕДЕНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТА

В качестве объекта исследования была выбрана гетерогенная структура – пленка меди на подложке из стекла. Напыление производилось с помощью магнетронной распылительной системы AJA Orion-8 (США) поверх наложенной маски, в результате чего на образце присутствовали как области, покрытые медью, так и области стекла без покрытия.

Толщина слоя была определена с использованием функции склерометрии: на поверхность пленки была нанесена царапина с силой прижима 200 мН. Затем в поперечном направлении было произведено профилирование поверхности в режиме сканирующего зондового микроскопа. При профилировании прибор переключался в резонансный колебательный режим. Рельеф поверхности измерялся путем полуконтактного сканирования с поддержанием постоянного сдвига фазы колебаний. Изображение профиля поверхности приведено на рис.2.

В связи с различием коэффициентов упругого восстановления подложки и пленки стеклянная основа восстанавливается больше,

mechanical properties. Such tasks are especially relevant for objects that are structured either in the normal direction to the surface (coating film) or in the lateral plane (heterostructures, multiphase materials, topologically structured micro- and nano-objects).

All of these methods of measurement are implemented in the NanoScan-4D scanning nano-hardness tester (TISNCM, Russia). NanoScan-4D nano-hardness tester is the only Russian measuring instrument, which allows to carry out complex studies of physical-mechanical properties of materials at submicron and nanometer scale of linear dimensions

[3-7]. General view of the device is shown in Fig.1. NanoScan is equipped with motorized sample stage for positioning of the indenter in the XY plane over the sample surface with high accuracy. A specialized macro language allows to program the execution of large series of measurements in an automated mode.

EXPERIMENT

A heterogeneous structure, the film of copper on a glass substrate has been chosen as object of research. The coating was obtained using AJA Orion-8 (USA) magnetron sputtering system on the top of the mask, whereby the sample contained both

the area covered by the copper and glass without coating.

The thickness of the layer was determined using sclerometry: the film surface was scratched with a pressing force of 200 mN. Then in the transverse direction profiling of a surface in the mode of the scanning probe microscope has been made. During profiling the device operated in a resonant oscillating mode. The surface topography was measured by semi-contact scanning with maintaining a constant phase shift of the oscillations. The image of the surface profile is shown in Fig.2.

Due to the difference of the coefficients of the elastic recovery for

Рис.3. Объемные карты (томограммы) твердости (а) и модуля упругости (б) покрытий, измеренные в режиме DMA
Fig.3. Three-dimensional maps (tomograms) of the hardness (a) and elastic modulus (b) of the coatings, measured in DMA mode

чем пластичный слой меди, поэтому на сечении царапины виден изгиб. Глубина, на которой замечен данный эффект, составляет около 350 нм (рис.2), что соответствует толщине медного покрытия, исходя из режима магнетронного напыления.

Для определения механических свойств исследуемого объекта был использован метод DMA. Массив измерений в области, захватывающей как поверхность пленки, так и непокрытую часть стекла, составил 10×10 точек. Как было указано выше, подобный подход

the substrate and film, base glass is recovered more than plastic layer of copper, therefore the bending in cross-section of the scratches is visible. Depth, at which this effect is noticeable, is about 350 nanometers (Fig.2) that corresponds to thickness of a copper coating, based on parameters of magnetron sputtering.

For determination of mechanical properties of the studied object the DMA method has been used. The measurements set in the field, which included both the film surface and the uncovered part of the glass, was 10×10 pixels. As mentioned above, this approach allows to estimate the distribution of

mechanical properties in the three spatial coordinates.

Each DMA measurement was performed at a frequency of 20 Hz, the average amplitude of oscillations under loading was 10 nm. The loading was performed for 80 seconds in the mode of linear sweep of penetration depth on time. The distance between the measurements (between the prick into the surface) was 200 μm . The obtained values of hardness and elastic modulus are presented in Fig.3. The average probe position over the period of the oscillations is used as the value of depth. This value corresponds to the maximum depth of the indentation

during single pricking in contrast to the contact depth, the value of which is closer to or equal to the depth of the residual imprint.

As can be seen from the data obtained, evaluations of hardness and elastic modulus correspond to the typical behavior of soft coatings on hard substrates and the measured hardness of the coating remains almost unchanged up to the depth when the tip of the indenter reaches a solid substrate. This can be explained by the fact that the stresses in the material are insufficient for plastic flow of the substrate. At the same time, any stresses under the indenter lead to elastic deformation of both

Рис.4. Оптическое изображение поверхности после нанесения уколов

Fig.4. Optical image of the surface after indentation

позволяет оценить распределение механических свойств в трех пространственных координатах.

Каждое DMA-измерение было выполнено с частотой колебаний 20 Гц, среднее значение амплитуды колебаний при нагружении

составляло 10 нм. Нагружение выполнялось в течение 80 с в режиме линейной развертки глубины внедрения от времени. Расстояние между измерениями (между уколами в поверхность) составляло 200 мкм. Полученные значения твердости и модуля упругости представлены на рис.3. В качестве значения глубины использовано среднее положение зонда за период колебаний. Данная величина по смыслу соответствует максимальной глубине индентирования в процессе единичного укалывания в противоположность контактной глубине, значение которой ближе или равно глубине остаточного отпечатка.

Как видно из полученных данных, оценки твердости и модуля упругости соответствуют типичному поведению мягких покрытий на твердой подложке: измеренное значение твердости покрытия остается неизменным практически до достижения острием индентора твердого основания. Данное обстоятельство можно объяснить тем, что возникающие в материале напряжения недостаточны для пластического течения подложки. В то же время, любые значения напряжений, возникающих под индентором, приводят к упругой деформации как пленки, так и подложки. Следовательно, измеренные значения модуля упругости системы начинают быстро стремиться к таковым для подложки, и эффект наблюдается, начиная с глубин, соответствующих долям толщины пленки.

film and substrate. Therefore, the measured values of the modulus of elasticity of the system begin to aspire to those for the substrate, and the effect is observed from depths equal to the film thickness fractions.

Thus, these data represent integral quantities, which are typical for the heterogeneous environment. To obtain separate values corresponding to hardness of film and substrate, it is possible to use numerical simulations or to approximate the dependences on the depth using analytic functions. An example of the latter approach can be found in [7].

Optical micrograph of the measured area is shown in Fig.4.

Despite the fact that all indents were made to a predetermined depth, in the area of film deposition they size is larger. This fact is explained by significant difference of hardness and ratio of elastic recovery of film and substrate.

It should be noted that the positioning system of sample stage has the high accuracy and reproducibility thanks to what the device provides uniform distribution of measurements, even at quite large areas of the sample surface.

CONCLUSION

The implemented method allows to obtain a much better detailing

of mechanical characteristics depending on depth compared with the method based on multi-cyclic indentation (PUL) [3]. Thus, the time of obtaining the tomogram is significantly reduced.

A wide range of values of the applied load provides a considerable depth of mapping. Dynamic resonance mode allows to measure the surface profile both before and after measurements of mechanical properties.

The project was financially supported by the Ministry of education and science of the Russian Federation under the agreement No.14.577.21.0088 (unique identifier of project RFMEFI57714X0088). ■

Таким образом, приведенные данные представляют собой интегральные величины, характерные для поведения гетерогенной среды. Для получения отдельных величин, соответствующих твердости пленки и подложки, можно использовать численное моделирование или аппроксимировать полученные зависимости от глубины аналитическими функциями. Пример применения последнего подхода можно найти в работе [7].

Оптическая микрофотография измеренной области приведена на рис.4. Несмотря на то, что все инденты были сделаны до заданной глубины, в области нанесения пленки площадь индентов больше: данный факт объясняется существенным различием твердости и коэффициента упругого восстановления материалов пленки и подложки.

Следует отметить высокие точность и воспроизводимость системы позиционирования предметного столика, благодаря чему прибор обеспечивает равномерность распределения измерений даже при достаточно больших площадях поверхности образца.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Реализованная методика позволяет получить значительно лучшую детализацию механических характеристик в зависимости от глубины по сравнению с методом, основанным на многоцикловом индентировании (PUL) [3]. При этом существенно снижено время получения томограммы.

Широкий диапазон значений прикладываемой нагрузки позволяет выполнять картографирование на значительную глубину. Динамический резонансный режим дает возможность измерять профиль поверхности как до, так и после проведения измерений механических свойств.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации в рамках соглашения № 14.577.21.0088 (уникальный идентификатор проекта RFMEFI57714X0088).

ЛИТЕРАТУРА

1. Головин Ю.И. Наноиндентирование и его возможности – М.: Машиностроение, 2009. 312 с.
2. Xiaodong Li, Bharat Bhushan. A review of nanoindentation continuous measurement technique and its applications // Materials Characterization. 2002. V. 48. P. 11–36.
3. Усеинов А.С., Кравчук К.С., Маслеников И.И. Получение томограммы механических свойств методами наноиндентирования // Наноиндустрия. 2014. № 1, С. 34–38.
4. Усеинов А., Решетов В., Маслеников И., Русаков А., Гладких Е., Беспалов В., Логинов Б. Исследование свойств тонких покрытий в режиме динамического механического анализа с помощью сканирующего нанотвердомера "НаноСкан-4D" // Наноиндустрия. 2016. № 1. С. 80–87.
5. Kulevoy T., Oks E., Chalykh B., Fedin P., Andrianov S., Kozlov A., Sitnikov A., Kravchuk K., Useinov A., Nikitin A., Bogachev A., Rogozhkin S., Orlov N., Askandarov N., Kuibeda R., Golubev A. Surface modification of ferritic steels using MEVVA and duoplasmatron ion sources // Review of scientific instruments. 2016. Vol. 87. P. 02C102.
6. Маслеников И.И., Решетов В.Н., Усеинов А.С. Построение карт модуля упругости поверхности сканирующим зондовым микроскопом "НаноСкан 3D" // Приборы и техника эксперимента. 2015. № 5. С. 136–142.
7. Усеинов А., Кравчук К., Маслеников И. Индентирование. Измерение твердости и трещиностойкости покрытий // Наноиндустрия. 2013. № 7. С. 48–56.

ООО «Изовак»

Разработка и изготовление
тонкопленочных изделий
Оптические элементы
Напылительный сервис
Сложные и уникальные
покрытия

Вакуумное оборудование для
оптики и микроэлектроники
Проектирование и производство
вакуумных напылительных
установок «под ключ»
In-line системы

ООО «Изовак», ул. М. Богдановича, 155-907,
220040, Минск, Беларусь, тел.: +375-17-2931842, факс: +375-17-2931845

www.izovac.com