

ИЗМЕРЕНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МАТЕРИАЛОВ С НАНОМЕТРОВЫМ ПРОСТРАНСТВЕННЫМ РАЗРЕШЕНИЕМ

Измерение механических свойств материалов с нанометровым пространственным разрешениемично вошло в практику современных исследований. Особенность актуально измерение механических параметров для наноструктурированных конструкционных и функциональных материалов, а также тонких пленок и покрытий.

Одна из важнейших механических характеристик наноструктурированных материалов – их твердость. Поскольку измерение твердости – значительно менее трудоемкая операция, чем большинство других видов механических испытаний, и не сопровождается разрушением изделия, такие методики широко распространены в промышленности и используются при контроле технологических процессов, определении эксплуатационных характеристик изделий, выборе режимов механической обработки.

Для измерения механических свойств в субмикронном и нанометровом масштабах применяются контактные методы, в основе которых лежит контроль взаимодействия твердого наконечника известной формы (индентора) с поверхностью материала. К контактным методам относятся: его вдавливание в материал (микро- и наноиндентирование); нанесение и анализ царапин (склерометрия) [1].

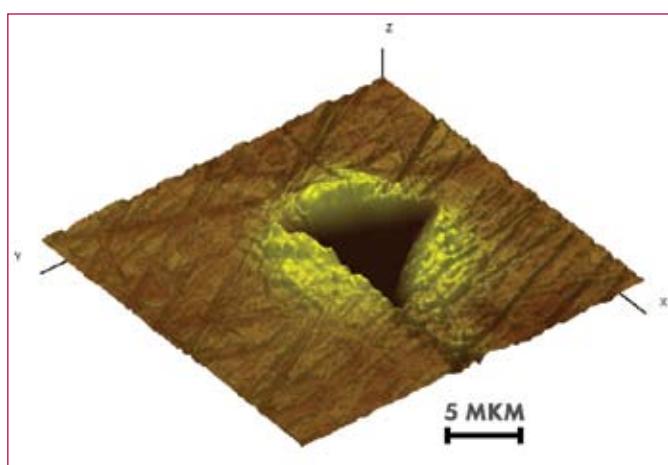


Рис.1 Трехмерное СЭМ-изображение микроотпечатка на стали Y10

При измерении механических свойств в нанометровых масштабах особое внимание необходимо уделять шероховатости поверхности исследуемого образца, корректному определению формы наконечника, особенности пластической деформации материала (в частности, образованию пластических навалов по периметру отпечатка).

Шероховатость образца влияет на определение площади контакта, поскольку индентор касается поверхности не в одном месте, а имеет несколько пятен контакта, причем реальная площадь контакта меньше, чем определяемая из модели. Как правило, требование по шероховатости образца формулируется в методике измерения и должно соблюдаться при измерениях, а в алгоритмы расчета вводятся поправочные коэффициенты, учитывающие неидеальность исследуемой поверхности.

Очень важная задача при измерениях в субмикронном и нанометровом масштабах – корректное определение функции формы наконечника, отражающей зависимость площади контакта от глубины внедрения индентора. Это объясняется тем, что вершина любой, даже хорошо заточенной, иглы всегда имеет небольшой радиус закругления, что приводит к недооценке площади контакта и, следовательно, к неправильному вычислению твердости и модуля упругости.

Площадь контакта зависит не только от геометрии индентора и шероховатости в области контакта, но и от упруго-пластического отклика материалов, многие из которых образуют при индентировании по периметру отпечатка пластически выдавленные навалы. В результате, при максимальной нагрузке наконечник входит в контакт с приподнятой (вытесненной) частью материала, т. е. реальная площадь контакта оказывается больше теоретической. Следует отметить, что

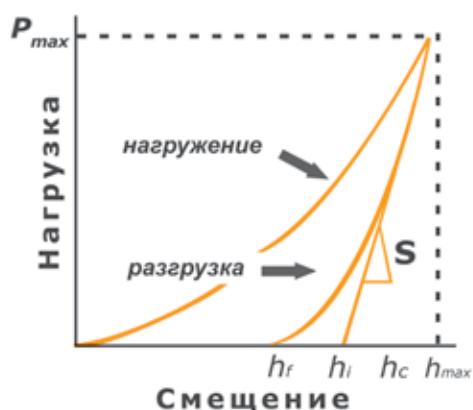


Рис.2 Кривая "нагружение – разгрузка"

возможность визуализации области измерения до и после испытаний позволяет оценить степень влияния на результаты шероховатости и навалов.

Измерение методом микротвердости по остаточному отпечатку в макро- и микромасштабах регламентируется ГОСТ 9450-76, в соответствии с которым минимальная нагрузка составляет 5 г, а размер отпечатка должен быть не менее 4 мкм.

Такие ограничения в значительной степени обусловлены предельными техническими характеристиками оптической системы наблюдения отпечатка. Однако этот метод можно применять и на субмикронном уровне, если линейные размеры остаточного отпечатка определяются с помощью не оптической, а сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ) (рис.1). Исследование остаточного отпечатка методами СЗМ дает возможность определить не только проекцию его площади, но и глубину, а также учесть площадь пластических навалов при определении контактной площади отпечатка. Таким образом, применение СЗМ позволяет распространить метод в область нагрузок, существенно меньших 5 г.

Методически такой подход наиболее близок к способам определения твердости на микро- и макроуровнях, что дает возможность проследить значения микротвердости от эталона к рабочим средствам измерения, применяемым для определения механических свойств в субмикронных масштабах.

При переходе к наномасштабным измерениям и уменьшении глубины внедрения индентора (<50–100 нм) на результаты могут оказывать значительное влияние эффект упругого восстановления и шероховатость поверхности, что накладывает определенные ограничения на возможность применения метода измерения твердости по восстановленному отпечатку.

Наиболее распространенным способом определения механических свойств в наномасштабах является измерительное динамическое индентирование [2], в основе которого

лежит определение и анализ зависимостей прикладываемой нагрузки от глубины внедрения индентора (рис.2).

В этом методе твердость определяется как отношение максимальной приложенной нагрузки к площади проекции невосстановленного отпечатка, причем его визуализация не предусмотрена. Площадь проекции отпечатка определяется по известной геометрии наконечника и контактной глубине индентирования, вычисленной по кривой нагружения–разгрузки. Основное достоинство метода наноиндентирования заключается в том, что твердость определяется в момент максимального внедрения наконечника, т. е. до начала упругого восстановления материала.

Требования к измерениям данным методом регламентированы Международным стандартом ISO 14577 [3]. К сожалению, в РФ стандарты на измерение твердости в наномасштабах на сегодняшний день отсутствуют.

Один из основных недостатков метода – отсутствие механизмов учета пластических навалов, что, в свою очередь, приводит к ошибке в определении площади контакта и, как следствие, неправильному измерению твердости.

В этой связи крайне полезно использование функции сканирования рельефа остаточного отпечатка для определения формы и размера навалов с целью коррекции значения контактной площади.

Измерение твердости методом склерометрии заключается в анализе профиля царапин, нанесенных на поверхность материала (рис.3), причем твердость исследуемого материала определяется относительно известной твердости стандартного образца (СО) по соотношению нагрузок и ширин царапин, полученных на исследуемом и стандартном образцах.

При измерении твердости в наномасштабе метод склерометрии имеет ряд преимуществ перед вдавливанием, а именно: в результате усреднения данных в рамках обработки

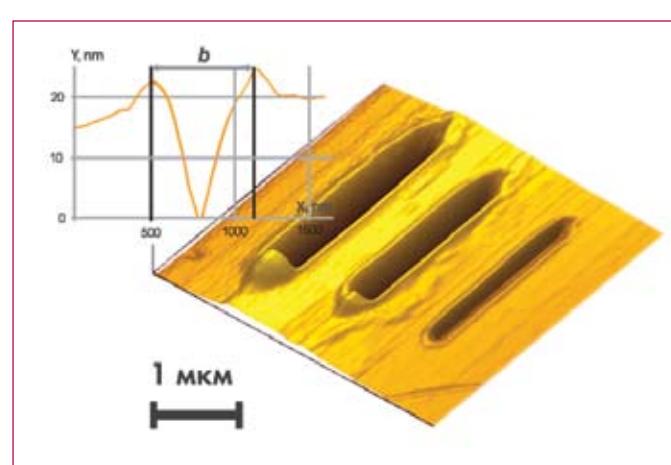


Рис.3 Трехмерное СЗМ-изображение царапин на сапфире и профиль их сечения

одной царапины уменьшается влияние шероховатости и поверхностных дефектов; снижается влияние эффекта упругого восстановления ширины царапины по сравнению с периметром отпечатка при индентировании; появляется возможность выбирать угол атаки индентора при царапании (ребром или гранью). Возможны анализ навалов по краям царапины, а также изучение анизотропии механических свойств.

Основные недостатки метода – продолжительность измерения, отсутствие стандартов и методик выполнения измерений в субмикронном и нанометровом масштабах.

ПРОБЛЕМЫ МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ В НАНОМАСШТАБЕ

Разработчики метрологического обеспечения для измерений твердости в наномасштабах столкнулись с рядом проблем.

1. Наличие различных шкал твердости и отсутствие не привязанного к методике измерения унифицированного определения данного свойства.

2. Выбор произвольных форм инденторов при исследованиях твердости вследствие большого различия напряженных состояний материала в деформированных объемах под индентором исключает совпадение чисел твердости, измеренных разными методами. В зависимости от методов измерения числа твердости могут быть сопоставимы, если использованные при их измерении инденторы будут иметь "эквивалентную" форму. Необходимым условием для выбора формы индентора должно являться соблюдение закона механического (геометрического) подобия отпечатков. Этому условию удовлетворяют конусы и пирамиды с постоянным углом заострения.

3. Общепринятый способ расчета твердости – в виде отношения вертикальной нагрузки к площади поверхности отпечатка (ГОСТ 9450-76) – не представляет среднего удельного давления на эту площадь и является условностью [4]. Вместе с тем способ расчета по площади проекции отпечат-



Рис.4 Сканирующий нанотвердомер "НаноСкан-3Д"

ка придает твердости реальный физический смысл среднего контактного давления.

4. Существует проблема создания стандартных образцов (мер) для калибровки (проверки) средств измерений механических свойств в наномасштабах. Вследствие принципиальных различий природы пластической деформации для разных классов материалов (металлов, ковалентных кристаллов, полимеров) необходима разработка меры твердости для каждого их типа.

5. Отсутствие поверочной схемы для средств измерений механических свойств в наномасштабе приводит к тому, что единственным способом обеспечения прослеживаемости значений твердости из микро- в наномасштаб является использование стандартных образцов (мер), аттестованных на эталоне микротвердости (по Виккерсу).

Сканирующий нанотвердомер на базе СЗМ "НаноСкан-3Д" (рис.4) представляет особый класс приборов, совмещающих в себе функции нанотвердомера и СЗМ [5]. В качестве чувствительного элемента в "НаноСкан-3Д" применяется пьезорезонансный зондовый датчик, позволяющий сканировать рельеф поверхности и проводить индентирование и склерометрию. В качестве инденторов – наконечники из синтетического алмаза. Наиболее распространенным индентором является трехгранная пирамида Берковича. В приборе реализованы обсуждавшиеся выше методы микроиндентирования, измерительного динамического индентирования и склерометрии. Перечисленные функциональные возможности существенно отличают "НаноСкан-3Д" от существующих сегодня коммерческих приборов.

Использование сканирующих нанотвердомеров на базе СЗМ "НаноСкан-3Д" в научных исследованиях и технологических процессах обусловило необходимость исследований метрологических характеристик прибора и разработки метрологической базы для измерения механических свойств на субмикронном и нанометровом уровнях. При этом были решены следующие задачи:

- Проведены исследования метрологических характеристик и испытания СЗМ "НаноСкан-3Д" с целью утверждения типа средства измерений (СИ).
- Разработаны методики поверки, успешно опробованные при испытаниях для целей утверждения типа, проведенных Государственным центром испытаний средств измерений ФГУП "ВНИИМС". В результате проведенных испытаний СЗМ "НаноСкан-3Д" внесен в Госреестр СИ под № 41675-09.
- Разработаны и аттестованы меры твердости, необходимые для калибровки твердомера. В качестве материалов для изготовления таких мер были выбраны плавленый кварц и монокристалл Al_2O_3 (сапфир, грань C). Проведена аттестация разработанных мер на Государственном эталоне твердости (ГЭТ 31-2006) в ФГУП "ВНИИФТРИ".

- Разработаны методики калибровки СЗМ с возможностями индентирования и методики измерений (МВИ) геометрических и механических параметров материалов [6].

Исследование ряда образцов (плавленый кварц, сапфир – грань С, сталь У10 – эталон микротвердости, титан, молибден, вольфрам) на сканирующем нанотвердомере "НаноСкан-3Д" тремя описанными выше методами позволило сделать следующие выводы:

- При учете пластических навалов значения нанотвердости и микротвердости соответствуют друг другу. Вклад площади пластических навалов при измерениях методом наноиндентирования может приводить к погрешности до 40% при определении значения твердости.
- Увеличение нанотвердости с уменьшением глубины внедрения индентора для исследовавшихся материалов может объясняться ростом вклада области навалов в общую площадь отпечатка [7].
- Получение изображения рельефа остаточного отпечатка для учета характера деформации материала в области измерений является крайне полезным с точки зрения оценки влияния шероховатости поверхности и особенностей пластической деформации на результат измерения.
- Применение сканирующих нанотвердомеров семейства

«НаноСкан» для измерения механических свойств в масштабах от микро- до нанометрового позволяет сравнивать механические свойства разными методами и в разных масштабах и осуществлять привязку результатов измерений твердости к нескольким стандартам.

Работа выполнена при поддержке федеральной целевой программы "Научные и научно-педагогические кадры инновационной России" на 2009–2013 гг., контракт № П719.

ЛИТЕРАТУРА

1. Гоголинский К.В., Львова Н.А., Усеинов А.С. – Заводская лаборатория, 2007, т. 73, № 6, с. 28–36.
2. Oliver W.C., Pharr G.M. – J. Mater. Res., 2004, v. 19, p. 3.
3. ISO 14577:2002. Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters.
4. Григорович В.К. Твердость и микротвердость металлов. – М.: Наука, 1976.
5. www.nanoscan.info
6. Гоголинский К.В., Пятов А.Л., Соловьев В.В. и др. – Законодательная и прикладная метрология, 2010, № 1 (107), с. 33–34.
7. Усеинов С.С., Соловьев В.В., Гоголинский К.В. и др. – Нанотехника, 2008, № 1(13), с. 111–115.