

НАНОИНДЕНТИРОВАНИЕ – УНИВЕРСАЛЬНЫЙ ПОДХОД

К ХАРАКТЕРИЗАЦИИ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МАТЕРИАЛОВ В НАНОШКАЛЕ

Вследствие сильных размерных эффектов в нанообласти механическое поведение твердых тел в ней не может быть оценено простой экстраполяцией известных зависимостей из макро- или микрообластей. Это сделало актуальной разработку адекватных средств исследования и характеристики физико-механических свойств материалов в наношкале.

Безусловный лидер такого рода испытаний – *наноиндентирование (NI)* [1–3], под которым подразумевается совокупность методов механических испытаний, позволяющая определять не только твердость, но и еще несколько десятков механических и функциональных характеристик материалов в наношкале.

NI реализуется приложением микронагрузки к специально аттестованному зонду и прецизионным измерением деформации материала с разрешением порядка 1 нм. Такой метод пригоден для решения разнообразных инженерных задач и выяснения фундаментальных закономерностей механического поведения нанометровых приповерхностных слоев и субмикронных объемов различных материалов – от мягких биологических до сверхтвердых алмазоподобных.

МЕТОДЫ ТЕСТИРОВАНИЯ МАТЕРИАЛОВ ЛОКАЛЬНЫМ НАГРУЖЕНИЕМ

Такие методы исследования принято условно разделять на макро-, микро- и NI, ориентируясь в основном на характерные размеры области испытания, границы между которыми размыты и весьма условны. Международный стандарт ISO 14577 [4] выделяет в подобных испытаниях три диапазона: макро- ($2 \text{ H} \leq P \leq 30000 \text{ H}$), микро- ($P < 2 \text{ H}$, $h > 20 \text{ нм}$) и нано- ($h \leq 20 \text{ нм}$). Здесь P – сила вдавливания индентора, H – твердость, h – глубина отпечатка.

Приведенные критерии весьма формальны, поскольку не основаны на каких-либо принципиальных положениях. Существует физически обоснованная классификация методов

локальных силовых испытаний, принимающая во внимание характер изменения твердости как функции от приложенной к индентору силы P (или глубины отпечатка h), доли пластической деформации в общей (с учетом вклада упругой), ее доминирующих микромеханизмов (рис.1).

Имея в виду особенности поведения материалов при локальном нагружении, выделим четыре группы задач, которые можно решать методами NI:

- характеристика механических свойств материалов в наношкале;

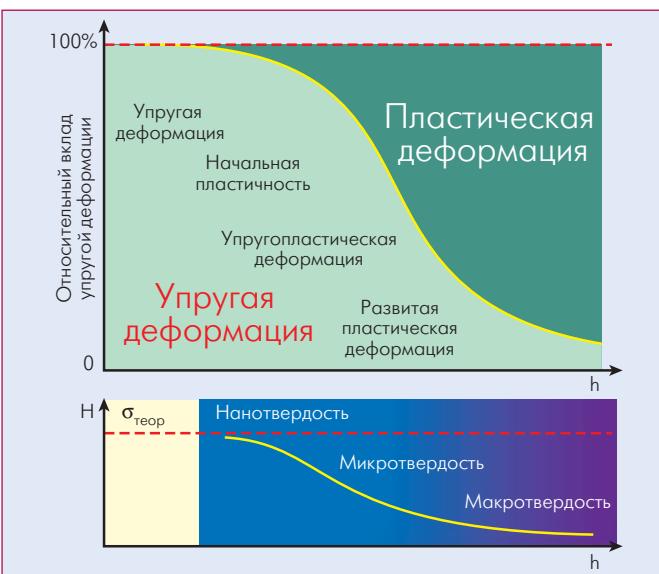


Рис.1 Схематическое изображение механизмов деформации и характера изменения твердости при переходе от макро- к микро- и нанотвердости

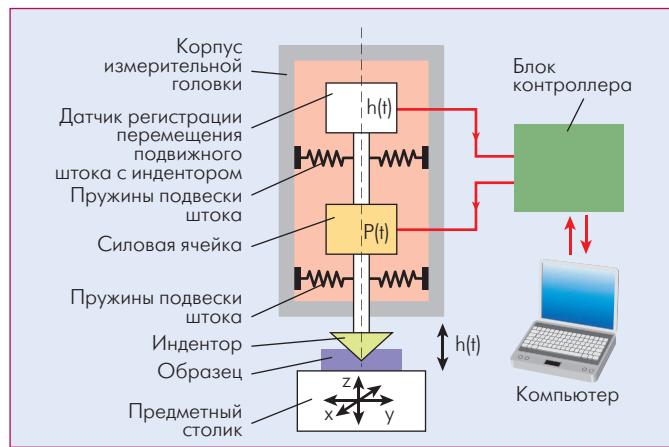


Рис.2 Принципиальная схема устройства наноиндентометра

- установление границ резкого изменения механических свойств по мере уменьшения размеров объекта или области локального нагружения. Изучение закономерностей механического поведения различных материалов в нанообласти. Выявление природы наномеханических размерных эффектов, атомных механизмов пластического деформирования и разрушения;
- разработка методов локальных испытаний, замещающих материало- и трудоемкие стандартные методы одноосных макроиспытаний на одноразовых образцах многократными неразрушающими на одном образце (область нагрузок, где механические свойства можно считать размерно независимыми);
- моделирование и изучение трибомеханических процессов в наношкале (сухое трение, абразивный и эрозионный износ, тонкий помол, механоактивация поверхности) с целью установления их механизмов на атомарном иnano- уровнях и последующего использования полученных данных для целенаправленного управления этими процессами.

ОСНОВЫ ТЕХНИКИ НАНОИНДЕНТИРОВАНИЯ

Приборы, реализующие концепцию NI, устроены сходным образом и содержат микро-нагружающее устройство и прецизионный датчик измерения локальных деформаций (рис.2). Обычно они называются наноиндентометрами или нанотестерами (при большом числе функций).

Наличие моторизованного столика позволяет расширить набор опций, в частности, осуществлять автоматизированное картирование механических свойств поверхности, измерять коэффициент трения, регистрировать микропрофиль вдоль заданной траектории. Приборы с таким набором функций зачастую называют универсальными нанотестерами.

Основной режим работы наноиндентометров (рис.3а) реализуется внедрением геометрически аттестованного индентора под действием заданного профиля нормальной силы $P(t)$.

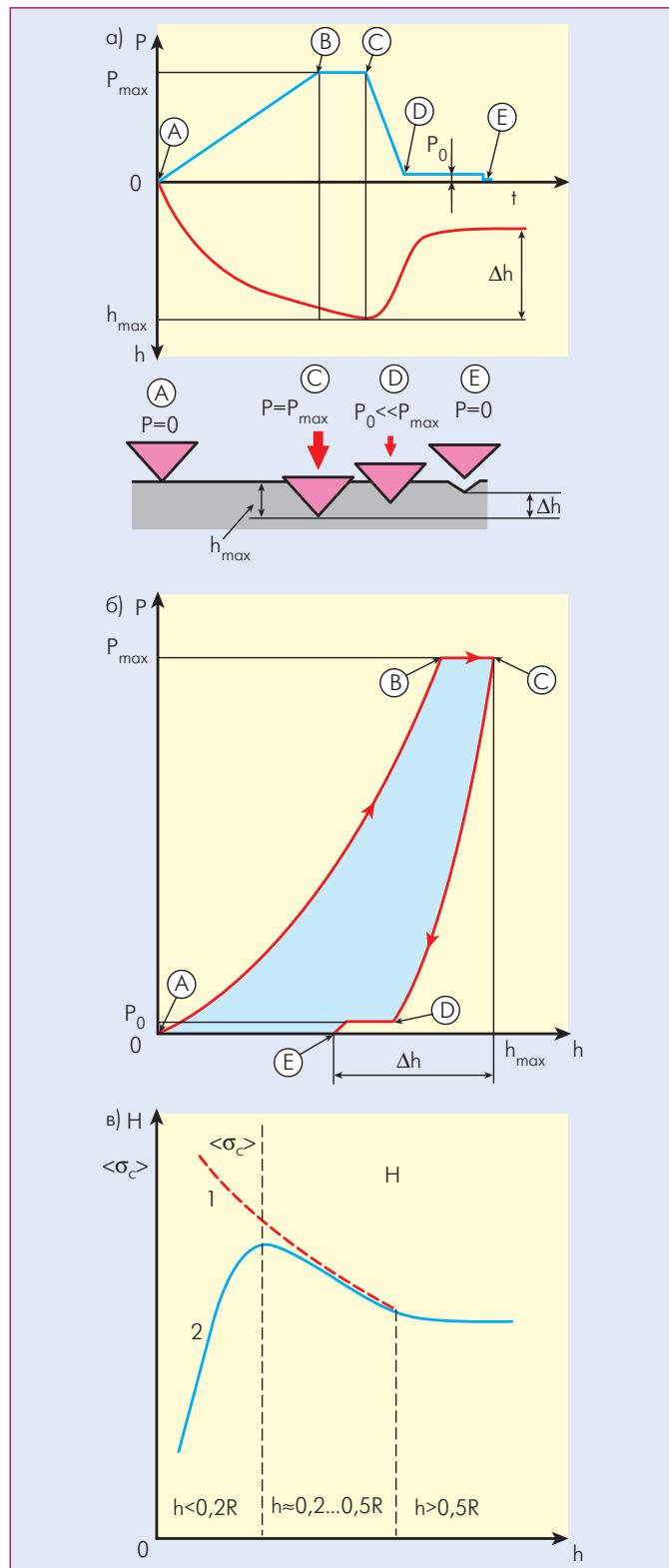


Рис.3 Способы представления данных, полученных методом нормального наноиндентирования: а) кинетические кривые $P(t)$ и $h(t)$, б) в виде $P-h$ диаграммы (сила-деформация), в) зависимость твердости по Мейеру H (среднего контактного напряжения $\langle\sigma_c\rangle$) от глубины отпечатка. 1 – без учета притупления кончика индентора, 2 – с учетом сферического притупления радиусом R . (Буквы в кружках означают характерные точки на кривых нагрузления и положения индентора относительно поверхности образца)



Рис.4 Нанотестеры Тамбовского государственного университета на базе микротвердомера ПМТ-3 (а), инструментального микроскопа ИМЦЛ-150-50 (б) и атомно-силового микроскопа SOLVER-LS (в)

и одновременной регистрации глубины погружения его в материал $h(t)$. Чаще данные перестраивают в виде зависимости $P = f(h)$ (рис.3б), являющейся аналогом диаграммы $\sigma = f(\varepsilon)$ (напряжение – относительная деформация) в традиционных макроиспытаниях. В некоторых случаях данные представляют в виде зависимости средних контактных напряжений $\langle\sigma_c\rangle$ от h ($\langle\sigma_c\rangle = H$ в области больших P) (рис.3в).

Наряду с однократной нормальной нагрузкой трапециoidalной, треугольной, прямоугольной или ступенчатой формы используют профили, модулированные гармонической или полигармонической компонентой малой амплитуды, многоцикловое нагружение, приложение латеральной силы при неизменной или нарастающей нормальной нагрузке. Это позволяет реализовать широкую гамму испытаний: от однократных статических до многократных динамических, от ползучести до усталости, от релаксации напряжений до упругого последействия и восстановления деформации в отпечатке после разгрузки.

Любые методы определения количественных характеристик материала при NI с необходимостью требуют соответствующей коррекции первичных данных. Чаще всего пользуются методикой Оливера-Фара [5, 6], взятой за основу многими национальными стандартами (например, ISO 14577 [4]).

Стандартный тест на нанотвердость обычно проводится в квазистационарных условиях нагружения за время $t = 10...100$ с, достаточное для срабатывания в материале практически всех релаксационных механизмов. В соответствии с этим

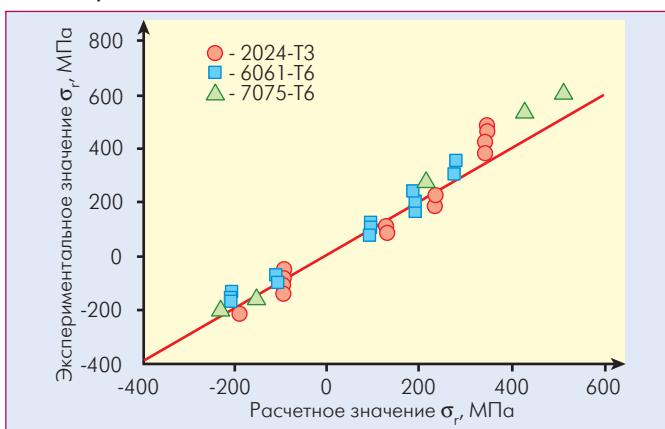


Рис.5 Внутреннее напряжение алюминиевых сплавов. Расчетные и определенные методами наноиндентирования значения

временное разрешение стандартных нанотестеров невелико – в лучшем случае проводится 10 измерений в секунду, что достаточно долго сдерживало применение наноиндентирования для моделирования условий реальных наноконтактных процессов, в которых время жизни пятна контакта составляет $10^{-6}...10^{-2}$ с [7].

В наноцентре Тамбовского госуниверситета разработаны новые методы NI [8–10] и изготовлены наноиндентометры на базе микротвердомера ПМТ-3, инструментального микроскопа ИМЦЛ-150 и атомно–силового микроскопа SOLVER-LS (рис.4), временное разрешение которых на один–два порядка выше, чем у зарубежных аналогов.

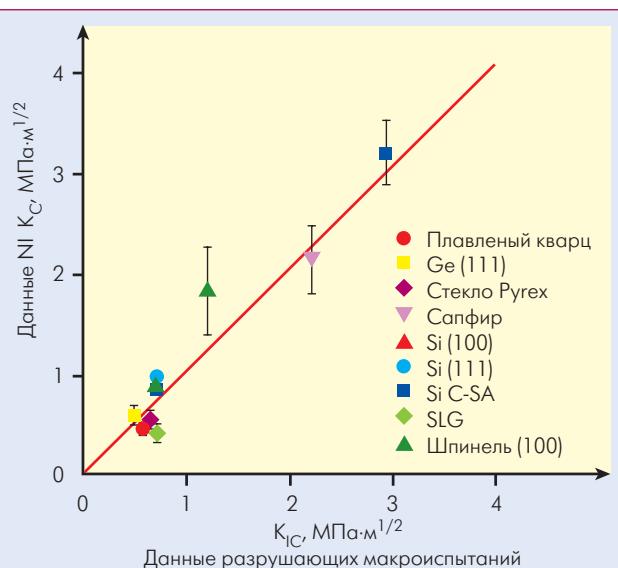


Рис.6 Коэффициенты вязкости разрушения, определенные наноиндентированием и методами разрушающих макроиспытаний

ИНФОРМАТИВНЫЕ ВОЗМОЖНОСТИ НАНОИНДЕНТИРОВАНИЯ

Одна из привлекательных особенностей NI – возможность получения разнообразных количественных характеристик материала. Примерно для половины этих характеристики существуют ясные общепринятые определения, стандарты, алгоритмы и программы выполнения. Таковыми можно считать: модуль Юнга E , твердость H , вязкость разрушения K_{Ic} , диаграмму нагрузки $\sigma = f(\varepsilon)$, восстанавливаемую по диаграмме $P = f(h)$, и еще порядка двух десятков характеристик.

В качестве примера, иллюстрирующего возможность NI при больших нагрузках на индентор заменить большинство традиционных механических испытаний на макрообразцах, на рис.5 показано определение внутренних напряжений в алюминиевых сплавах, а на рис.6 – определение вязкости разрушения на широком спектре хрупких материалов.

Другая группа свойств и явлений не имеет общепринятых способов описания и методов экспериментальной характеризации. Они могут оцениваться различными способами, которые зачастую носят относительный или полукаличес-

венный характер. Их известно больше десятка, например: а) параметры различных масштабных эффектов, условия их проявления, границы инвариантности механических свойств по отношению к изменению размеров образца или морфологических единиц его структуры; б) условия полиморфных превращений, индуцируемых высокими контактными давлениями под индентором; в) зависимости свойств в высокогradientных материалах от глубины; г) положение границ и раздельное определение свойств пленки и субстрата в тонкопленочных структурах без приготовления поперечного шлифа и стравливания поверхности; д) адгезия, параметры отслаивания и разрушения пленочных покрытий.

Контактный нанотестинг является частью зондовых нанотехнологий и, по существу, единственным экспериментальным средством получения количественных, а не только оценочных значений величин, характеризующих совокупность механических и функциональных свойств поверхностных слоев материалов в нано- и субмикрообъемах.

Авторы выражают благодарность Иволгину В., Бойцову Э., Коренкову В. и Тюрину А. за активное участие в разработке и создании методов и средств наноиндентирования.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (грант № 07-02-00906) и ВЦП "Развитие научного потенциала высшей школы (2009–2010 годы)" проект № 2643.

ЛИТЕРАТУРА

1. Springer Handbook of Nanotechnology (Ed. B. Bhushan). – Berlin: Springer-Verlag, 2007, 1916 p.
2. **Головин Ю.И.** Введение в нанотехнику. – М.: Машиностроение, 2007, 496 с.
3. **Головин Ю.И.** / ФТТ. 2008. Т 50, № 12, С.2113–2142.
4. ISO group TC 164/SC 3/WG1 and ASTM E28.06.11. ISO/DIS 14577-1, 2 and 3.
5. **Oliver W.C., Pharr G.M.** / J. Mater Res. 1992, V. 7, № 6, P. 1564–1583.
6. **Oliver W.C., Pharr G.M.** / J. Mater Res. 2004, V. 19, № 1, P. 3–20.
7. **Дедков Г.В.** / УФН. 2000. Т. 170, № 6, С. 585–618.
8. **Головин Ю.И., Тюрин А.И., Иволгин В.И., Коренков В.В.** / ЖТФ. 2000, Т. 70, № 5, С. 82–91.
9. **Golovin Yu.I., Ivolgin V.I., Korenkov V.V., Korenkova N.V., Farber B.Ya.** / Philos. Mag. A. 2002, V. 82, № 10, P. 2173–2177.
10. **Golovin Yu.I., Tyurin A.I., Farber B.Ya.** / J. Mater. Sci. 2002, V. 37, № 3, P. 895–904.