Получено: 22.01.2024 г. | Принято: 25.01.2024 г. | DOI: https://doi.org/10.22184/1993-8578.2024.17.1.44.49
Научная статья

МИКРОСФЕРИЧЕСКИЕ АЛМАЗНЫЕ НАКОНЕЧНИКИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ЛОКАЛЬНЫХ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МАТЕРИАЛОВ МЕТОДОМ ИНСТРУМЕНТАЛЬНОГО ИНДЕНТИРОВАНИЯ

А.С.Кушнерева[1], стажер-исследователь, *ORCID: 0000-0002-8756-6722* / ***kushnereva.as@phystech.edu***
И.В.Лактионов[1], стажер-исследователь, *ORCID: 0000-0002-8576-3669*
А.С.Усеинов[1], к.ф.-м.н., зам. дир. по науч. раб., *ORCID: 0000-0002-9937-0954*
С.В.Орлов[2], вед. инж., *ORCID: 0000-0003-2086-284X*
Е.С.Статник[3], мл. науч. сотр., *ORCID: 0000-0002-1105-9206*
П.А.Сомов[3], мл. науч. сотр., *ORCID: 0009-0003-9398-6410*

Аннотация. Цель данного исследования заключается в разработке и демонстрации методики создания сфероконического алмазного индентора с характерным размером наконечника порядка 5 мкм. Производство описываемого наконечника реализуется за счет использования пикосекундного лазера для формирования заготовки и фокусированного ионного пучка для финальной обработки изделия. Для контроля геометрии в процессе изготовления использовался атомно-силовой микроскоп. Высота рабочей области полученного наконечника составила 1 мкм. В исследовании также продемонстрирована применимость изготовленного индентора и приведены диаграммы нагружение-внедрения во время индентирования и АСМ-изображения остаточных отпечатков.

Ключевые слова: алмазный индентор, механические свойства, твердость, модуль упругости

Для цитирования: А.С. Кушнерева, И.В. Лактионов, А.С. Усеинов, С.В. Орлов, Е.С. Статник, П.А. Сомов. Микросферические алмазные наконечники для исследования локальных механических свойств материалов методом инструментального индентирования. НАНОИНДУСТРИЯ. 2024. Т. 17. № 1. С. 44–49. https://doi.org/10.22184/1993-8578.2024.17.1.44.49

Received: 22.01.2024 | Accepted: 25.01.2024 | DOI: https://doi.org/10.22184/1993-8578.2024.17.1.44.49
Original paper

MICROSPHERICAL DIAMOND TIPS FOR INVESTIGATION OF LOCAL MECHANICAL PROPERTIES OF MATERIALS BY INSTRUMENTED INDENTATION

A.S.Kushnereva[1], Research Assistant, *ORCID: 0000-0002-8756-6722* / ***kushnereva.as@phystech.edu***
I.V.Laktionov[1], Research Assistant, *ORCID: 0000-0002-8576-3669*
A.S.Useinov[1], Cand. of Sci. (Physics and Mathematics), Deputy Director, *ORCID: 0000-0002-9937-0954*
S.V.Orlov[2], Lead Engineer, *ORCID: 0000-0003-2086-284X*
E.S.Statnik[3], Junior Researcher, *ORCID: 0000-0002-1105-9206*
P.A.Somov[3], Junior Researcher, *ORCID: 0009-0003-9398-6410*

[1] ФГБНУ ТИСНУМ, г. Троицк, Россия / FSBI TISNCM, Troitsk, Russia
[2] ИСАН, г. Троицк, Россия / ISAN, Troitsk, Russia
[3] НИТУ МИСИС, Москва, Россия / NUST MISIS, Moscow, Russia

Abstract. The purpose of this study is to develop and demonstrate a technique for preparing a spheroconical diamond indenter with a characteristic tip size of about 5 μm. The production of the described tip is realized by using a picosecond laser to form the workpiece and a focused ion beam for the final processing of the product. An atomic force microscope was used to control the geometry during manufacturing. The height of the working area of the obtained tip was 1 μm. The study also demonstrates the applicability of the fabricated indenter and provides load-insertion diagrams during indentation and AFM images of the residual indentations.

Keywords: diamond indenter, mechanical properties, hardness, elastic modulus

For citation: A.S. Kushnereva, I.V. Laktionov, A.S. Useinov, S.V. Orlov, E.S. Statnik, P.A. Somov. Microspherical diamond tips for investigation of local mechanical properties of materials by instrumented indentation. NANOINDUSTRY. 2024. T. 17. No. 1. PP. 44–49. https://doi.org/10.22184/1993-8578.2024.17.1.44.49

ВВЕДЕНИЕ

Нагружение сферическим индентором является фундаментальной концепцией в материаловедении и машиностроении, особенно в области испытаний твердости вдавливанием [1]. Этот метод предполагает использование индентора сферической формы для приложения контролируемой силы к поверхности материала, что позволяет измерять его твердость и другие механические свойства [2]. Одним из ключевых преимуществ использования сферического индентора является его способность обеспечивать более равномерное распределение напряжения при вдавливании по сравнению с другими формами [3]. Эта характеристика особенно важна при работе с материалами, имеющими неоднородную структуру или вариации состава. Закругленная геометрия сферического индентора помогает минимизировать концентрацию напряжений, обеспечивая более точное представление общей твердости материала. Вдавливание сферическим индентором не ограничивается только испытанием на твердость – оно находит применение при изучении упругой и пластической деформации [4], а также механики разрушения [5]. Исследователи и инженеры используют этот метод для изучения поведения материалов при различных условиях нагружения, что способствует разработке и оптимизации материалов для конкретных применений.

Сферический индентор обычно имеет четко определенный радиус, который играет решающую роль в определении характера вдавливания. Наиболее распространенным типом сферического индентора при измерении механических свойств на макроскопическом масштабе является закаленный стальной шарик, часто используемый в стандартных методах испытаний, таких как тест на твердость по Бринеллю (ISO 6506) [6]. Очевидно, что размер индентора, выражаемый в его диаметре или радиусе, влияет на глубину и форму получаемого углубления [7]. Поэтому при переносе методик, основанных на применении индентирования сферическим наконечником, на субмикронный масштаб размер самого наконечника должен быть уменьшен примерно в 1000 раз.

Одним из ключевых преимуществ микросферических инденторов является их способность минимизировать влияние подложки в экспериментах по индентированию. Традиционные испытания на твердость часто сталкиваются с проблемами, связанными с влиянием подложки, особенно при работе с мелкозернистыми материалами [8]. Микросферические инденторы с их уменьшенной площадью контакта позволяют проводить более точные оценки твердости без влияния подложки, что позволяет лучше понять поведение материала в микромасштабе [9].

Кроме того, использование микросферических инденторов облегчает исследование локализованных механических свойств. Это особенно важно при работе с гетерогенными материалами или сложными структурами. Небольшой размер индентора позволяет исследователям сосредоточиться на конкретных областях, представляющих интерес, и получить представление о вариациях твердости и механического поведения материала [10].

В данной работе исследована возможность изготовления сфероконического индентора из алмаза с характерным радиусом сферической части наконечника порядка 5 мкм. Описаны способы изготовления такого наконечника, подходы к контролю его геометрии, а также применение такого наконечника в экспериментах по измерению локальных механических свойств.

ИЗГОТОВЛЕНИЕ МИКРОСФЕРИЧЕСКОГО ИНДЕНТОРА ИЗ МОНОКРИСТАЛЛА АЛМАЗА

В рамках данной работы изготовление микросферического индентора проводилось в несколько

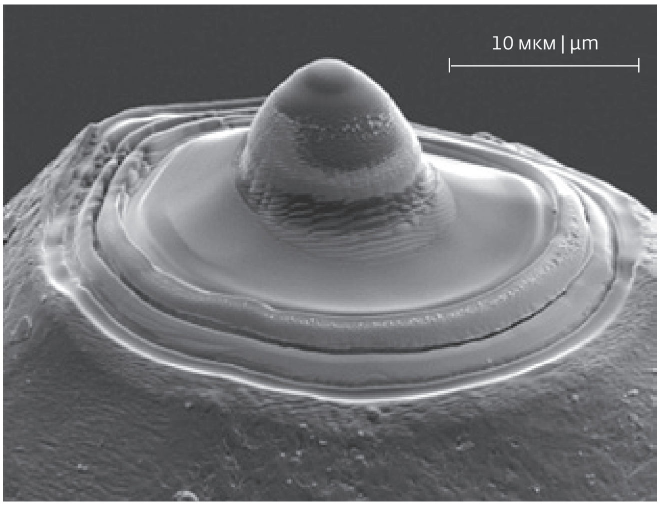

Рис.1. Изображение изготовленного микросферического алмазного индентора в колонне сканирующего электронного микроскопа
Fig.1. Image of a fabricated microspherical diamond indenter in a scanning electron microscope column

этапов. Прежде всего, из монокристалла алмаза, полученного методом температурного градиента, с помощью пикосекундного лазера формировалась заготовка в форме прямоугольного параллелепипеда. Затем с помощью того же лазера одному из концов заготовки придавалась коническая форма с углом раствора 90°. Используемая в лазере длина волны равна 532 нм.

Лазерная резка обеспечивает исключительную точность, позволяя выполнять сложные и детальные разрезы на кристаллах алмаза. Сфокусированный лазерный луч обеспечивает точное формообразование с минимальными зонами термического воздействия [11]. Алмазы чувствительны к теплу, и чрезмерное нагревание может повлиять на их кристаллическую структуру. Лазерная резка выгодна в этом отношении, поскольку позволяет точно контролировать подачу тепла [12]. Короткие импульсы и локализованный нагрев помогают свести к минимуму термическое повреждение. На шероховатость поверхности алмаза после лазерной резки могут влиять различные факторы, включая параметры лазера, свойства алмаза и сам процесс резки [13].

Шероховатость поверхности непосредственно после обработки лазером составляет порядка нескольких микрометров, что является достаточно большим значением для поставленной задачи.

Доведение конуса до почти идеальной полусферы на его конце производилось на установке Tescan Amber. Этот электронный микроскоп может использоваться для наблюдения образцов с субмикронным пространственным разрешением, а также для выполнения лабораторной модификации материалов с помощью фокусированного ионного пучка (Focused Ion Beam, FIB). Эти возможности объединены с помощью совместного использования неиммерсионной сканирующей электронной микроскопии с ультравысоким разрешением и современного FIB с ионами Ga^+. Tescan Amber также обладает хорошей аналитической эффективностью благодаря технологии BrightBeam™ (электронно-оптическая технология), которая позволяет получать изображения с высоким разрешением без использования иммерсионного режима в самом широком спектре материалов, включая металлические, магнитные, не проводящие электрический ток или чувствительные к электронному пучку материалы.

Изображение изготовленного микросферического алмазного индентора, полученное с помощью электронного микроскопа, приведено на рис.1. Травление в области сферической части наконечника проводилось по градиентной концентрической маске со стороны вершины индентора.

Чтобы минимизировать артефакты, вызванные ионным пучком, на поверхность алмаза был нанесен тонкий слой платины для повышения электропроводности. Такой подход особенно полезен для исключения дрейфа изображения при долговременной работе в колонне микроскопа, для получения изображений с помощью FIB или для последующего анализа с помощью электронной микроскопии.

Контроль геометрии индентора проводился с помощью зондовой нанолаборатории "Интегра Прима" по методу атомно-силовой микроскопии. На рис.2 приведено изображение сферического наконечника и профиль сечения через его вершину. По данным АСМ определены основные рабочие характеристики такого наконечника – радиус сферической части 2,5 мкм, максимальная рабочая глубина 1 мкм, шероховатость сферической поверхности менее 30 нм. Максимальная рабочая глубина – это глубина, на которую можно проводить вдавливание такого наконечника при измерении механических свойств с сохранением формы индентора, близкой к сферической.

ЭКСПЕРИМЕНТЫ ПО ИНДЕНТИРОВАНИЮ

Индентирование с применением изготовленного микросферического алмазного наконечника производилось с помощью нанотвердомера

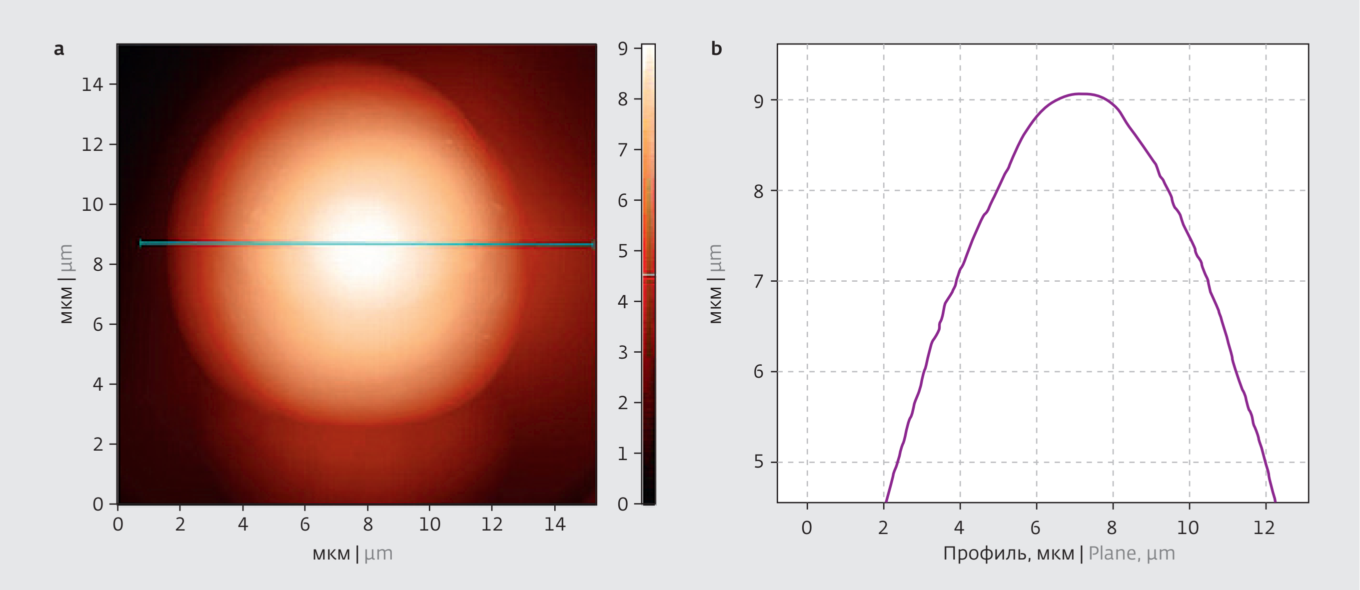

Рис.2. Изображение сферического наконечника в атомно-силовом микроскопе (a) и профиль сечения через его вершину (b)
Fig.2. Atomic force microscope image of a spherical tip (a) and cross-sectional profile through its apex (b)

"НаноСкан-4D" (рис.3). В качестве объекта был выбран алюминиевый сплав АМГ-6.

Была нанесена серия из пяти уколов с нагрузкой 5 мН. При вдавливании индентора проводилась регистрация диаграмм нагружение-внедрение (рис.4). Как видно из рисунка, экспериментальные данные характеризуются отличной воспроизводимостью.

На рис.5 приведена микрофотография области поверхности с нанесенными отпечатками.

Характерное АСМ-изображение отпечатка, полученного с помощью микросферического алмазного наконечника и профиль его сечения приведены на рис.6. Исследование остаточных отпечатков с помощью атомно-силового микроскопа позволяет точно определять как размер отпечатка, так и высоту и форму пластических навалов по его периметру. Данная информация может быть полезна для применения в различных моделях, описывающих взаимодействие индентора с материалом и используемых для расчета механических свойств по данным индентирования.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В данной работе описаны методы изготовления микросферического наконечника из монокристалла алмаза, имеющего эффективный радиус закругления 2,5 мкм и высоту рабочей области 1 мкм. Применение таких наконечников в экспериментах по локальному нагружению позволяет обсуждать перенесение на микрометровый масштаб различных методик, таких как автоматическое индентирование шаром (automated ball indentation, ABI [16]), хорошо зарекомендовавших себя на макроскопических масштабах. Также с использованием такого наконечника возможно проводить восстановление

Рис.3. Нанотвердомер "НаноСкан-4D"
Fig.3. NanoScan-4D nanohardness tester

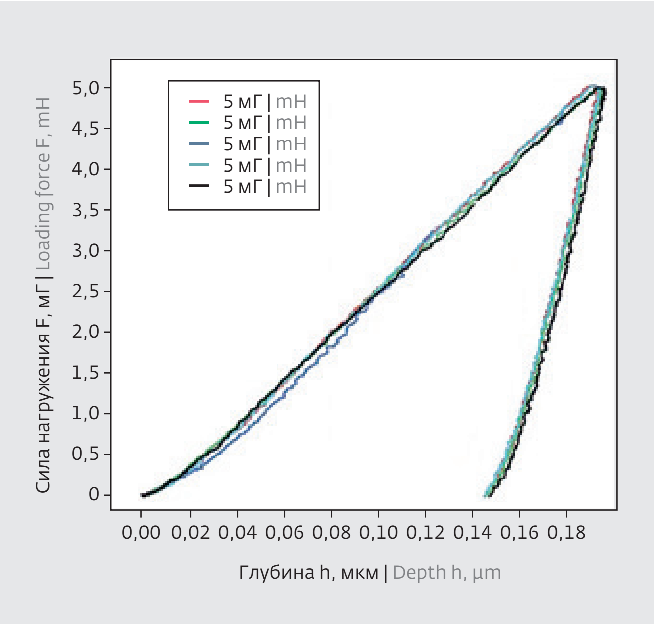

Рис.4. Диаграммы индентирования образца АМГ-6, полученные на нанотвердомере "Наноскан-4D" с помощью микросферического алмазного наконечника

Fig.4. Indentation diagrams of the AMG-6 sample obtained on the NanoScan-4D nanohardness tester using a microspherical diamond tip.

эквивалентной диаграммы напряжение-деформация [17, 18] как на основе кривых нагружения-внедрения, так и на основании прямого измерения размеров отпечатков методом атомно-силовой микроскопии [19, 20].

ИНФОРМАЦИЯ О РЕЦЕНЗИРОВАНИИ

Редакция благодарит анонимного рецензента (рецензентов) за их вклад в рецензирование этой работы, а также за размещение статей на сайте журнала и передачу их в электронном виде в НЭБ eLIBRARY.RU.

Декларация о конфликте интересов. *Авторы заявляют об отсутствии конфликтов интересов или личных отношений, которые могли бы повлиять на работу, представленную в данной статье.*

ЛИТЕРАТУРА / REFERENCES

1. **Meng L.** *et al.* Identification of material properties using indentation test and shape manifold learning approach // Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering. 2015. V. 297. PP. 239–257.
2. **Feng Yu, Jian Fang, Omacht D., Mingcheng Sun, Yingshi Li.** A new instrumented spherical indentation test methodology to determine // Theoretical and Applied Fracture Mechanics. 2022. V. 124, no. 4. P. 1037.
3. **Han T.** *et al.* Free standing nanoindentation of penta-graphene via molecular dynamics: Mechanics and deformation mechanisms // Mechanics of Materials. 2023. V. 180. P. 104628.
4. **Farmakovskaya A.A., Okorokova N.S., Perchenok A.V.** Application of the spherical indenter for determination of the elastic modulus of coatings // E3S Web of Conferences. EDP Sciences, 2023. T. 389. P. 01084.
5. **Marimuthu K.P.** *et al.* Spherical indentation for brittle fracture toughness evaluation by considering kinked-cone-crack // Journal of the European Ceramic Society. 2017. V. 37, no. 1. PP. 381–391.
6. **Hill R., Storåkers B., Zdunek A.B.** A theoretical study of the Brinell hardness test // Proceedings of the Royal Society of London. A. Mathematical and Physical Sciences. 1989. V. 423, no. 1865. PP. 301–330.

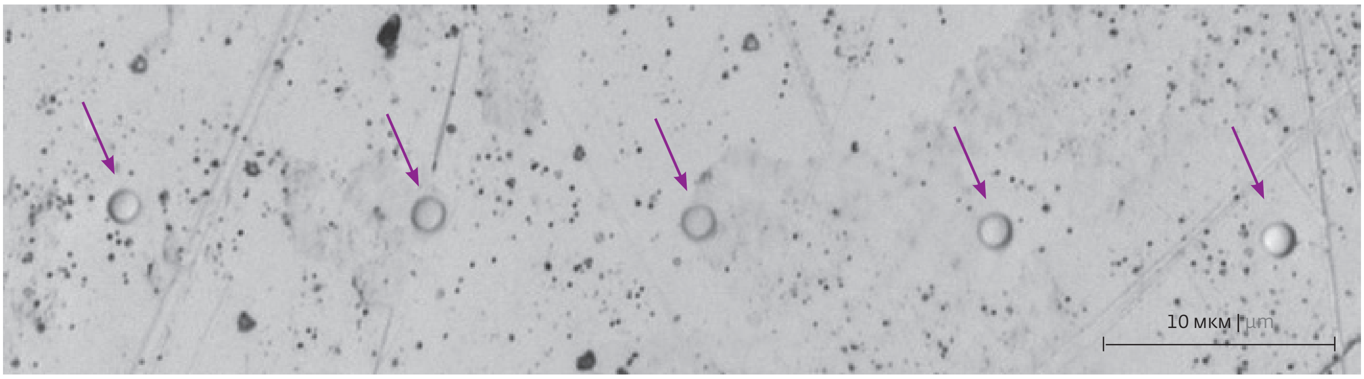

Рис.5. Серия отпечатков с нагрузкой 5 мН на поверхности сплава АМГ-6. Отпечатки отмечены стрелками. Глубина отпечатков 147±3 нм. Изображение получено на оптическом микроскопе с увеличением 150x

Fig.5. A series of prints with a load of 5 mN on the AMG-6 alloy surface. The prints are marked with arrows. The depth of the prints is 147±3 nm. The image was obtained on an optical microscope with a magnification of 150x

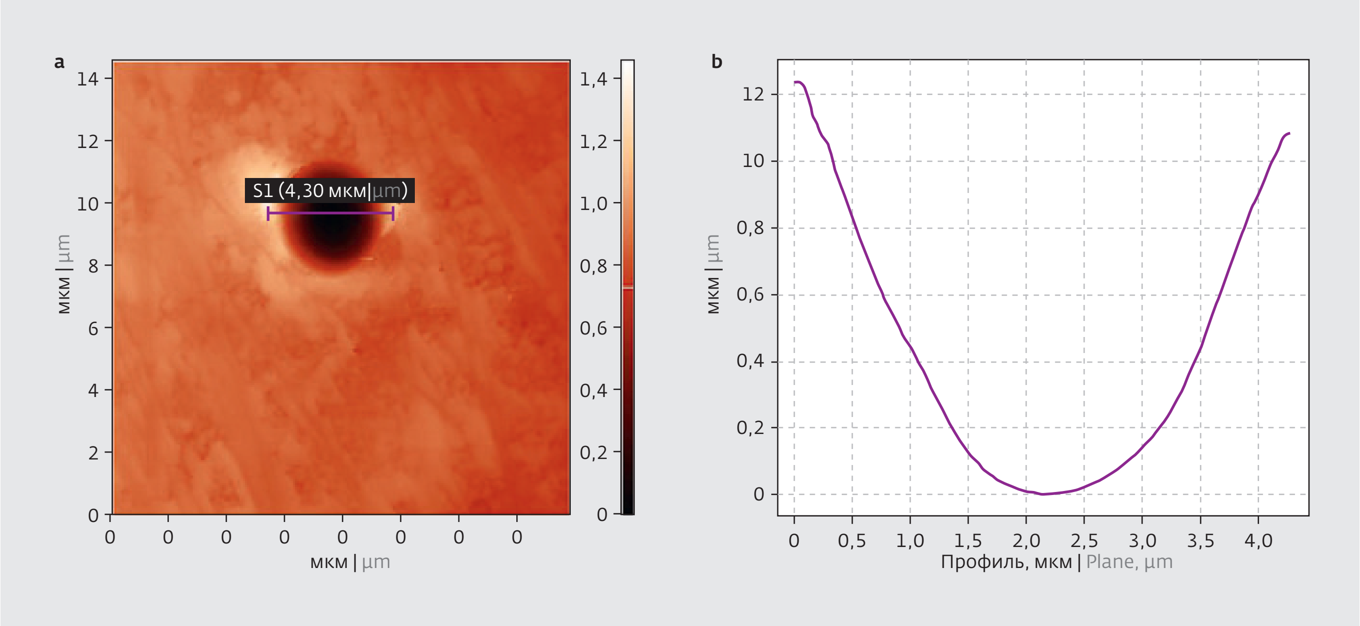

Рис.6. Изображение отпечатка, полученного с помощью микросферического алмазного наконечника, в атомно-силовом микроскопе (a) и профиль его сечения (b)
Fig.6. Atomic force microscope image of an imprint obtained with a microspherical diamond tip (a) and its cross-sectional profile (b)

7. **Mesarovic S.D., Fleck N.A.** Spherical indentation of elastic-plastic solids // Proceedings of the Royal Society of London. Series A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences. 1999. V. 455, no. 1987. PP. 2707–2728.
8. **Huang C.C., Chiang T.C., Fang T.H.** Grain size effect on indentation of nanocrystalline copper // Applied Surface Science. 2015. V. 353. PP. 494–498.
9. **Broitman E.** Indentation hardness measurements at macro-, micro-, and nanoscale: a critical overview // Tribology Letters. 2017. V. 65, no. 1. P. 23.
10. **Qian L.** *et al.* Comparison of nano-indentation hardness to microhardness // Surf. Coatings Technol. 2005. V. 195, no. 2–3. PP. 264–271.
11. **Wu M.** *et al.* The influence of the focus position on laser machining and laser micro-structuring monocrystalline diamond surface // Optics and Lasers in Engineering. 2018. V. 105. PP. 60–67.
12. **Parandoush P., Hossain A.** A review of modeling and simulation of laser beam machining // International journal of machine tools and manufacture. 2014. V. 85. PP. 135–145.
13. **Lin Z., Ji L., Wang W.** Precision machining of single crystal diamond cutting tool via picosecond laser irradiation // International Journal of Refractory Metals and Hard Materials. 2023. V. 114. P. 106226.
14. **Coq Germanicus R.** *et al.* Quantitative mapping of high modulus materials at the nanoscale: comparative study between atomic force microscopy and nanoindentation // Journal of Microscopy. 2020. V. 280. no. 1. PP. 51–62.
15. **Roa S., Haberkorn N., Sirena M.** Atomic force microscopy nano-indentation for testing mechanical properties in thin films // Materials Today: Proceedings. 2019. V. 14. PP. 113–116.
16. **Haggag F.M.** Standard Test Methods for Automated Ball Indentation (ABI) Testing of Metallic Materials and Structures to Determine Tensile Properties and Stress-Strain Curves // Advanced Technology Corporation. 1988–2009. PP. 2–20.
17. ГОСТ Р 56232-2014. Определение диаграммы "напряжение – деформация" методом инструментального индентирования шара. Стандартинформ, 2016. P. 2–32.
18. **Chao Chang, Garrido M.A., Ruiz-Hervias J., Zhu Zhang, Le-le Zhang.** Representative Stress-Strain Curve by Spherical Indentation on Elastic-Plastic Materials // Advances in Material Science and Enginiring. 2018. V. 2018. P. 9.
19. **Kucharski S., Woźniacka S.** Size effect in single crystal copper examined with spherical indenters // Metallurgical and Materials Transactions A. 2019. V. 50. PP. 2139–2154.
20. **Pathak S.** *et al.* Understanding pop-ins in spherical nanoindentation // Applied Physics Letters. 2014. V. 105, no. 16.