КАРТИРОВАНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ КАК МЕТОД ДИАГНОСТИРОВАНИЯ ВКЛЮЧЕНИЙ В СЛОЖНЫХ МНОГОФАЗНЫХ МИНЕРАЛАХ

MAPPING OF MECHANICAL PROPERTIES FOR DIAGNOSTICS OF INCLUSIONS IN COMPLEX MULTI-PHASE MINERALS

К.С.Кравчук¹, к.ф.м.н., научный сотрудник, (ORCID: 0000-0002-9956-9939), А.С.Усеинов¹, к.ф.м.н., заведующий отделом, (ORCID: 0000-0002-9937-0954), И.В.Лактионов^{1,2}, стажер-исследователь, А.П.Федоткин^{1,2}, стажер-исследователь / kskrav@gmail.com

K.S.Kravchuk, Researcher, Cand. of Sc. (Physics and Mathematics), (ORCID: 0000-0002-9956-9939), A.S.Useinov¹, Head of Department, Cand. of Sc. (Physics and Mathematics), (ORCID: 0000-0002-9937-0954), I.V.Laktionov^{1,2}, Intern Researcher, A.P.Fedotkin^{1,2}, Intern Researcher

DOI: 10.22184/1993-8578.2019.12.2.140.146

Получено: 19.03.2019 г.

Продemonстрирован метод картирования механических свойств, являющийся наглядным инструментом визуализации распределения свойств неоднородных, многофазных материалов. Показана возможность построения многослойных интерактивных карт и анализа распределения свойств материалов.

A method of mapping mechanical properties is demonstrated. It is an illustrative instrument to visualize distribution of properties of heterogeneous and multiphase materials. A possibility to construct multi-layer interactive maps and analyze the material properties distribution is shown.

ВВЕДЕНИЕ

Метод инструментального индентирования или наноиндентирования [1,2] хорошо зарекомендовал себя как неразрушающий способ измерения механических свойств различных объектов. Небольшие нагрузки и глубины внедрения позволяют оценивать свойства объектов небольшого размера, таких как тонкие покрытия или зерна микронного размера [3]. Локальность измерений позволяет исследовать распределение свойств неоднородных образцов сложного состава и формы [4, 5], в том числе имеющих неоднородность вследствие внешних воздействий [6, 7]. Область деформации материала при измерении настолько мала, что позволяет исследовать неоднородность с микронным латеральным разрешением, что

полезно при изучении приграничных областей в гетерогенных материалах [8, 9].

Существует конкурирующий метод картирования механических свойств, основанный на контактном сканировании поверхности наконечником в динамическом режиме [10, 11]. Благодаря меньшей прикладываемой силе данный метод имеет высокую скорость измерения и лучшее латеральное разрешение, при этом обладая рядом недостатков. Метод критичен к обработке поверхности, в том числе его чистоте, а сложность калибровки затрудняет получение достоверных количественных значений. При этом разные методы картирования хорошо дополняют друг друга при исследовании материала на разных масштабах [12].

¹ Технологический институт сверхтвёрдых и новых углеродных материалов / Technological Institute for Superhard and Novel Carbon Materials.
² Московский физико-технический институт / Moscow Institute of Physics and Technology.

Метод индентирования и построение с его помощью карт применим для широкого круга материалов: от мягких органических тканей [13] до сверхтвердых композитов [14]. Статистическая обработка данных индентирования позволяет выделять и анализировать свойства отдельных фаз многокомпонентных образцов, в том числе в пористых минералах [15–17].

Методика автоматизированного картографирования является мощнейшим инструментом для изучения пространственной неоднородности механических свойств сложных многофазных материалов, в том числе в геологии. При этом часто данный метод обладает преимуществами по сравнению с другими методами, поскольку нередко ситуации, когда близкие по химическому составу включения выглядят одинаково, но имеют заметно разные механические свойства.

В данной работе с помощью нанотвердомера "НаноСкан" проведено картирование свойств образца природного минерала и выявление фаз, различающихся по своим механическим свойствам.

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И ОБОРУДОВАНИЕ

Метод наноиндентирования основан на вдавливании в исследуемый образец твердого наконечника (индентора) известной формы. В процессе вдавливания измеряется сила нагружения и перемещения индентора. Анализ кривой зависимости силы от перемещения (глубины внедрения) позволяет вычислить площадь поверхности и жесткость, соответствующие области контакта индентора с исследуемым материалом. Эти данные используются для определения твердости и модуля упругости образца.

Твердость образца определяется как среднее контактное давление под индентором и вычисляется как отношение прикладываемой силы к контактной площади.

Модуль упругости при индентировании вычисляется по наклону касательной к кривой разгрузки. Его значение близко к значению модуля Юнга материала (модуля продольной упругости).

Испытания индентированием проведены с помощью нанотвердомера НаноСкан-4D (ФГБНУ ТИСЧУМ, рис.1) [18, 19]. Оптические фотографии получены

INTRODUCTION

A method of the instrumental indentation or nanoindentation [1, 2] performed well as a non-destructive method to measure mechanical properties of various objects. This method allows of estimating properties of small objects like thin coatings or micron size grains because of light load and penetration depth [3]. Local measurements make it possible to study distribution of the non-uniform sample properties of complex shape and composition [4, 5], including an inhomogeneity due to external influence [6, 7]. The deformation area of the material is so small that it allows of studying the inhomogeneity with micron lateral resolution, which is useful when studying the border regions in the heterogeneous materials [8, 9].

Besides, there is a competing method for the mechanical properties mapping based on the probe contact scanning of the material's

surface in the dynamical mode [10, 11]. This method has a high measurement rate and a better lateral resolution due to the lower applied force but it has a couple of limitations. The most important limitations of this method are: purity of the surface and high requirements to treatment of the surface, moreover, the calibration procedure is too complicated, hence, the accuracy of the meaningful measurements is hardly obtained. However, it is useful to apply different methods of mapping in order to study the materials in various scales [12]. Indentation method and mapping can be applied to study a large number of materials ranging from the soft organic tissues [14] to the super hard composites [14]. Statistical data manipulation of the indentation allows us to isolate and analyze the separate phase properties of the multi-component samples including porous minerals [15–17].

Automated mapping method is an important instrument to investigate the spatial inhomogeneity of complex multiphase material mechanical properties, especially in geology. This method is advantages in comparison with other methods in the cases when inclusions similar in chemical composition appear to be identical though they possess significantly different mechanical properties.

In this paper we present a mapping method of the natural mineral sample properties and determine the phases different by their mechanical properties using a NanoScan nano-hardness tester.

RESEARCH AND EQUIPMENT

Nano-indentation method is based on an impression of a known shape hard tip (indenter) into the sample to be studied. Measured are the loading force and the displacement of the indenter when testing.

Рис.1. Нанотвердомер НаноСкан-4D
Fig.1. NanoScan-4D nano-hardness tester

на встроенном оптическом модуле Mitutoyo VMU-V с поляризационным фильтром.

Обработка данных, включающая расчет механических свойств и построение многослойных карт, была проведена на программном обеспечении, разработанном для приборов серии "НаноСкан".

Программа для создания и обработки многослойных интерактивных карт поверхностей исследуемых образцов представляет собой графический пользовательский интерфейс, в котором

исследователю доступен видеопоток с микроскопа, захват кадров из этого видеопотока, создание и редактирование слоев (объединение некоторых кадров в один кластер, согласно задачам исследователя), просмотр полученной карты образца, установка планируемых испытаний и просмотр мини-карты для удобства навигации микроскопом по образцу.

Процесс "сшивки" кадров происходит за счет координат центров каждого изображения, полученных с системы позиционирования микроскопа, а также калибровочных данных. Для получения последних пользователю необходимо выбрать текущие параметры видеокамеры (разрешение) и объектива микроскопа (увеличение) и запустить процесс калибровки. Программа делает серию снимков перекрывающихся областей, детектирует и сопоставляет особые точки (используется open-source библиотека OpenCV и алгоритм AKAZE). На основе сопоставленных пар точек делается вывод о геометрии исходного изображения и смещения кадров относительно друг друга. Данный процесс должен быть выполнен для каждого набора "камера – микроскоп – увеличительный объектив".

Для динамического получения карты образца используется алгоритм, который загружает только те кадры с динамически подобранным разрешением с жесткого диска устройства (для экономии RAM), которые необходимы для построения просматриваемой области карты и строит из них итоговое изображение по калибровочным данным.

Analysis of the force versus displacement curve (depth of penetration) allows of calculating the surface area and rigidity corresponding to the contact area of the indenter with the material when testing. These data are used to determine hardness and modulus of elasticity of the sample.

The sample hardness is defined as the average contact pressure under the indenter and is calculated as the ratio of the applied force to the contact area.

The modulus of elasticity during indentation is calculated from the slope of the tangent to the unloading curve. Its value is close

to the value of the Young's modulus of the material (modulus of longitudinal elasticity).

Indentation tests were performed using a NanoScan 4D nano-hardness tester (Fig.1) [18, 19]. Optical images were obtained by Mitutoyo VMU-V inner optical module equipped with a polarizing filter.

Mechanical properties data, including calculations of mechanical properties and construction of multi-layer maps, was carried out with the software developed for the NanoScan devices.

The software for creating and processing the multi-layered interactive maps of the tested

sample surfaces presents a graphical user interface in which the video stream from the microscope is available to the researcher, frames from this video stream are captured, the layers are created and edited (combination of some frames into one cluster according to the researcher's tasks), viewing of the resulting sample maps, installation of planned tests and viewing of a mini-map for easy navigation with a microscope on a sample.

The process of "stitching" frames occurs due to coordinates of the centers of each image obtained from the microscope

Рис.2. Оптическое изображение, поляризованный свет
Fig.2. Optical image, polarized light

Рис.3. Карта твердости, наложенная на оптическое изображение
Fig.3. Hardness map superimposed on the optical image

Ввиду жесткой привязки координат к изображению, можно получить взаимно-однозначное соответствие между каждым пикселем и координатой прибора. На эту карту образца могут наноситься инденты в тех местах, где были или будут проведены измерения. Результаты обработки данных индентирования привязываются к координатам оптического изображения, что позволяет строить карты механических свойств. Наложение нескольких слоев с разным уровнем прозрачности позволяет получить наглядную визуализацию неоднородности образца.

Данный алгоритм с динамическим построением карты и хранением исходных изображений на жестком диске позволяет произвести в любой момент времени докалибровку, выбор отображаемых кадров и слоев и продолжение, сохраненного ранее эксперимента.

РЕЗУЛЬТАТЫ

На рис.2 и 3 продемонстрирована одна область образца в разных режимах. Рис.2 – оптическая микрофотография поверхности в поляризационном свете, рис.3 – черно-белое оптическое

positioning system, as well as the calibration data. To get the latest frames, the user must select the current camera settings (resolution) and microscope objective (magnification) and start the calibration process. The software takes a set of snapshots of overlapping areas and detects and maps particular points (using the open-source OpenCV library and AKAZE algorithm). Based on the matched pairs of points, a conclusion is drawn about the geometry of the original image and a frame displacement relative to each other. This process should be performed for each

camera-microscope-magnifying lens set.

To obtain a sample map dynamically, an algorithm is used that loads only those frames with a dynamically selected resolution from the hard disk of the device (to save RAM) which are necessary to build the viewed area of the map and construct the resulting image from the calibration data. Due to the rigid binding of coordinates to the image, it is possible to obtain a one-to-one correspondence between each pixel and the device coordinate. The indentations can be applied to this sample map in places where the

measurements have been or will be taken. The results of indentation data processing are attached to the coordinates of the optical image, which allows mapping of the mechanical properties. The overlay of several layers of different levels of transparency allows of obtaining a visualization of the inhomogeneity of the sample.

This algorithm with dynamic mapping and storing the original images on the hard disk allows of performing the additional calibration at any time, selection of displayed frames and layers and continuation of the previously saved experiment.

Рис. 4. Частотное распределение механических свойств материала: а – твердость, б – модуль упругости

Fig. 4. The frequency distribution of the mechanical properties: a – hardness, b – elastic modulus

изображение с наложенной цветной картой твердости. Градиентная шкала показывает зависимость цвета от твердости измеренной в соответствующей области образца.

На фотографии, полученной в поляризованном свете, явно выделяются четыре фазы (рис. 2). Фаза 1 имеет наименьшую твердость 7,5 ГПа и модуль упругости 230 ГПа. Фазы 2, 3 и 4 имеют твердость почти в два раза выше первой, около 14 ГПа. Модуль упругости также выше: 3 и 4 фазы имеют модуль 270 ГПа, у второй фазы 260 ГПа.

Анализ фазового состава можно оценить, построив частотное распределение механических свойств. На рис. 4 представлено такое распределение в виде гистограмм, что является наглядным представлением функции плотности вероятности измеряемых случайных величин: твердости и модуля упругости. Анализ статистических данных позволяет вычислять долю той или иной фазы в материале, а также такие параметры их свойств, как среднее значение и дисперсия.

RESULTS

Fig. 2 and 3 demonstrate the same area of the sample in different modes. Fig. 2 is an optical micrograph of the surface in polarized light. Fig. 3 is a black and white optical image with a superimposed color hardness map. Gradient scale shows the dependence of color on the hardness measured in the corresponding area of the sample.

In the photo obtained in the polarized light, four phases are clearly distinguished (Fig. 2). Phase 1 has a minimum hardness of 7.5 GPa and an elastic modulus of 230 GPa. Phases 2, 3, and 4 are almost twice as hard as the first, about 14 GPa. The modulus

of elasticity is also higher: 3 and 4 phases have a modulus of 270 GPa, with a second phase of 260 GPa.

Analysis of the phase composition can be estimated by constructing the frequency distribution of the mechanical properties. Figure 4 presents such a distribution in the form of histograms, which is a visual representation of the function of a probability density of measured random variables: hardness and elastic modulus. Analysis of statistical data allows of calculating the share of a particular phase in the material, as well as such parameters of their properties as the mean value and dispersion.

CONCLUSIONS

The nanoindentation method is a method of local measurement of mechanical properties allowing of detecting separate phases in multi-component materials. Especially well this method can be used in mineralogy, where multiphase samples of a close chemical composition occur often though they differ in their physical properties. Mapping of mechanical properties is a visual instrument to study inhomogeneities of materials under testing and complements well the optical research methods.

ВЫВОДЫ

Метод наноиндентирования – это метод локального измерения механических свойств, позволяющий выявлять отдельные фазы в многокомпонентных материалах. Особенно хорошо данный метод показывает себя в минералогии, где часто встречаются многофазные образцы с близким химическим составом, но различающиеся по своим физическим свойствам. Построение карт механических свойств является наглядным инструментом визуализации неоднородностей исследуемых материалов и хорошо дополняет оптические методы исследования.

ЛИТЕРАТУРА / REFERENCE

1. Oliver W.C., Pharr G.M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology // J. Mater. Res. 2004. Vol. 19. № 1. P. 3–20.
2. ГОСТ Р 8.748-2011 (ИСО 14577-1:2002) ГСИ. Металлы и сплавы. Измерение твердости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании. Часть 1. Метод испытаний.
3. Goldbaum D., Chromik R.R., Yue S., Irissou E., Legoux J.-G. Mechanical Property Mapping of Cold Sprayed Ti Splats and Coatings // J. Therm Spray Technol. 2011. Vol. 20, № 3. P. 486–496.
4. Randall N.X., Vandamme M., Ulm F. Nanoindentation analysis as a two-dimensional tool for mapping the mechanical properties of complex surfaces // J. Mater. Res. 2009. Vol. 24. № 3. P. 679–690.
5. Cuy J.L., Mann A.B., Livi K.J., Teaford M.F., Weihs T.P. Nanoindentation mapping of the mechanical properties of human molar tooth enamel // Arch. Oral Biol. 2002. Vol. 47. P. 281–291.
6. Pathak S., Swadener J.G., Kalidindi S.R., Courtland H., Jepsen K.J., Goldman H.M. Measuring the dynamic mechanical response of hydrated mouse bone by nanoindentation // J. Mech. Behav. Biomed. Mater. Elsevier Ltd. 2011. Vol. 4. P. 34–43.
7. Sebastiani M., Moscatelli R., Ridi F., Baglioni P., Carassiti F. High-resolution high-speed nanoindentation mapping of cement pastes: Unravelling the effect of microstructure on the mechanical properties of hydrated phases // Mater. Des. Elsevier Ltd. 2016. Vol. 97. P. 372–380.
8. Konnerth J., Valla A., Gindl W. Nanoindentation mapping of a wood-adhesive // Appl. Phys. A. 2007. Vol. 88. P. 371–375.
9. Campbell S.E., Ferguson V.L., Hurley D.C. Nano-mechanical mapping of the osteochondral interface with contact resonance force microscopy and nanoindentation // Acta Biomater. Acta Materialia Inc. 2012. Vol. 8. P. 4389–4396.
10. Маслеников И.И., Решетов В.Н., Логинов Б.А., Усеинов А.С. Картографирование механических свойств с помощью пьезорезонансного зонда // Приборы и техника эксперимента. 2015. № 3. P. 125–131.
11. 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. P. 136–142.
12. Li W., Kawashima S., Xiao J., Corr D.J., Shi C., Shah S.P. Comparative investigation on nanomechanical properties of hardened cement paste // Mater. Struct. 2016. Vol. 49. № 5. P. 1591–1604.
13. Akhtar R., Schwarzer N., Sherratt M.J., Graham H.K., Trafford A.W., Mummery P.M., Derby B. Nanoindentation of histological specimens: Mapping the elastic properties of soft tissues // J. Mater. Res. 2009. Vol. 24, № 3. P. 638–646.
14. Engqvist H., Wiklund U. Mapping of mechanical properties of WC – Co using nanoindentation Ha // Tribol. Lett. 2000. Vol. 8. P. 147–152.
15. Zhu W., Hughes J.J., Bicanic N., Pearce C.J. Nanoindentation mapping of mechanical properties of cement paste and natural rocks // Mater. Charact. 2007. Vol. 58. P. 1189–1198.
16. da Silva W.R.L., Nemecek J., Štemberk P. Methodology for nanoindentation-assisted prediction of macroscale elastic properties of high performance cementitious composites // Cem. Concr. Compos. 2014. Vol. 45. P. 57–68.
17. Liu K., Ostadhassan M., Bubach B., Ling K., Tokhmechi B., Robert D. Statistical grid nanoindentation analysis to estimate macro-mechanical properties of the Bakken Shale // J. Nat. Gas Sci. Eng. Elsevier B.V., 2018.
18. Kulevoy T.V., Chalyhk B.B., Fedin P.A., Sitnikov A.L., Kozlov A.V., Kuibeda R.P., Andrianov S.L., Orlov N.N., Kravchuk K.S., Rogozhkin S.V., Useinov A.S., Oks E.M., Bogachev A.A., Nikitin A.A., Iskandarov N.A., Golubev A.A. Surface modification of ferritic steels using MEVVA and duoplasmatron ion sources // Rev. Sci. Instrum. 2016. Vol. 87. № 2. P. 02C102.
19. Кравчук К., Усеинов А., Маслеников И., Перфилов С. Автоматизированный контроль параметров композитных изделий с помощью нанотвердомера "НаноСкан" // Наноиндустрия. 2016. № 3 (65). P. 54–59.