

Федеральное агентство по образованию
Российской Федерации

Московский инженерно-физический институт
(государственный университет)

М.Г. Исаенкова, Ю.А. Перлович, Ю.И. Головин

**ИСПОЛЬЗОВАНИЕ НАНОИНДЕНТОМЕТРА
ДЛЯ ОЦЕНКИ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ
МАТЕРИАЛОВ**

Лабораторный практикум

Рекомендовано УМО
«Ядерная физика и технологии»
в качестве учебного пособия для студентов
высших учебных заведений

Москва 2008

УДК 620.1.08 (076.5)

ББК 30.10я7

И 85

Исаенкова М.Г., Перлович Ю.А., Головин Ю.И. Использование наноиндентометра для оценки механических свойств материалов: Лабораторный практикум. -- М.: МИФИ, 2008. – 36 с.

В пособии изложены основные принципы, методы и средства реализации испытаний и определения механических свойств материалов в наномасштабе, которые получили в последние годы большое распространение под общим названием «наноиндентирование». Рассмотрены различные аспекты и особенности поведения твердых тел в условиях сильно стесненной деформации, возникающей при локальном нагружении поверхности микронагрузкой. Описаны способы извлечения механических характеристик различных материалов при локальном нагружении. Пособие содержит практические указания по выполнению лабораторной работы и контрольные вопросы для ее сдачи.

Предназначено для студентов МИФИ, обучающихся по специальностям «Физика металлов» и «Физика конденсированного состояния». Используется в дисциплине «Наноматериалы и нанотехнологии».

Пособие подготовлено в рамках Инновационной образовательной программы

Рецензент д-р техн. наук, проф. В. М. Маркочев

© *Московский инженерно-физический институт
(государственный университет), 2008*

ISBN 978 – 5 – 7262 – 1014 – 8

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	4
ЦЕЛЬ РАБОТЫ.....	4
1. НАНОИНДЕНТИРОВАНИЕ И ЕГО ВОЗМОЖНОСТИ.....	4
2. КОЛИЧЕСТВЕННЫЕ МЕХАНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ МАТЕРИАЛОВ, ИЗМЕРЯЕМЫЕ С ПОМОЩЬЮ НАНОИНДЕНТОМЕТРА	9
3. УСТРОЙСТВО И ПРИНЦИП РАБОТЫ НАНОИНДЕНТОМЕТРА	12
4. ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ.....	23
4.1. Подготовка к проведению измерений.....	23
4.2. Проведение измерений.....	28
4.3. Обработка результатов измерений.....	32
5. ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОСТЬ ДЕЙСТВИЙ ПРИ ВЫПОЛНЕНИИ РАБОТЫ	34
КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ.....	35
СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ	35

ВВЕДЕНИЕ

Появление наноструктур вызвало к жизни методы, позволяющие изучить их механические свойства – упругость, пластичность, склонность к разрушению и др. Их аппаратурная реализация мало отличается от тех, что используются в зондовой микроскопии. Но в связи с силовым характером действия иглы на поверхность их называют нанотестерами или наноинденторами. Принцип их действия заключается в компьютерно-управляемом касании иглой поверхности и записи зависимости силы сопротивления внедрению от глубины погружения. В нанотестировании разработаны десятки способов аттестации поверхности, позволяющие извлекать самую разнообразную информацию не только о поверхностном слое, но и подповерхностных слоях толщиной от нескольких нанометров до нескольких микрометров. Помимо этого они позволяют моделировать условия в наноконтактах, с которых начинается любое касание твердых тел, сухое трение, износ и другие процессы. В пособии кратко описаны методы наноиндентирования и основные направления их использования в современном физическом наноматериаловедении.

ЦЕЛЬ РАБОТЫ

Целью работы является освоение динамического метода оценки механических свойств материалов для нанослоёв (или нанозёрен), в том числе измерение модуля Юнга.

1. НАНОИНДЕНТИРОВАНИЕ И ЕГО ВОЗМОЖНОСТИ

Методы исследования материалов посредством локального нагружения принято условно разделять на макро-, микро- и наноиндентирование, ориентируясь в основном на характерные размеры области испытания (рис. 1). Границы между ними размыты и весьма условны. Международный стандарт ISO 14577, принятый несколько лет назад, выделяет в подобных испытаниях три диапазона: макро ($2 \text{ Н} \leq P \leq 30000 \text{ Н}$), микро ($P < 2 \text{ Н}$, $h > 20 \text{ нм}$) и нано ($h \leq 20 \text{ нм}$). Здесь P – сила вдавливания индентора, h – глубина отпечатка. Наноиндентирование с разрешением существенно лучше

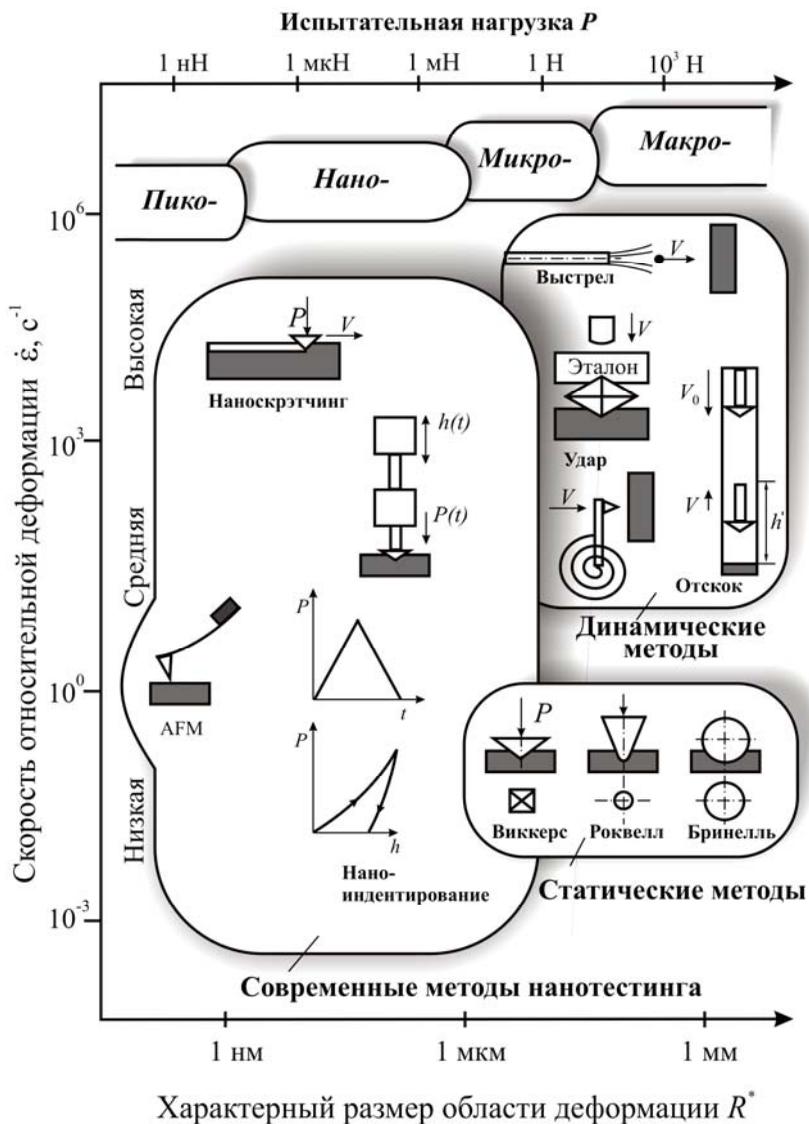


Рис. 1. Основные методы локального силового тестирования материалов в плоскости размерно-скоростных координат

1 нм и глубиной отпечатка, не превышающей несколько нанометров, в последние годы стали называть пикоиндентированием. По скорости приложения нагрузки и продолжительности испытания τ их обычно относят к *квазистатическим* ($\tau \gg 1$ с) или *динамическим* ($\tau \ll 1$ с).

Приведенные критерии отнесения ситуации к макро-, микро- или наномасштабной весьма формальны, поскольку не содержат каких-либо принципиальных оснований. Физически более обоснованная классификация методов локальных силовых испытаний принимает во внимание характер изменения твердости как функции от приложенной к индентору силы P (или глубины отпечатка h), долю пластической деформации в общей (с учетом вклада упругой) и, что важнее всего, ее доминирующие микромеханизмы. Последние обладают своей спецификой при локальном деформировании, но в целом имеют много общего с механизмами пластического течения в наноструктурных материалах.

Физико-химические свойства нанообъектов и наноструктур сильно, а иногда, и радикально отличаются от макроскопических. Уменьшение характерных размеров объекта или элементов его структуры до $R \leq 1$ мкм (хотя бы в одном из трех измерений) влечет существенное изменение его механических свойств. Особенно сильные размерные эффекты возникают при $R^* \leq 100$ нм, а при $R^* \leq 10$ нм их характер может поменяться еще раз. Из этого следует, что механическое поведение твердых тел в наномасштабе не может быть выведено путем простой экстраполяции из макро- или микрообласти в нанобласть.

В качестве примера на рис. 2 схематически изображены зависимости предела текучести от диаметра зерна в поликристаллах и их прочности от размеров образца или области локального нагружения. Твердость сходным образом зависит от размеров отпечатка. В общем случае такие эффекты в физике называют размерными. Для их изучения разработан большой арсенал теоретических и экспериментальных средств. Последние представляют собой важный раздел нанотехнологии – нанодиагностику.

Далее под термином *наноиндентирование* (синонимы: *кинети́ческое* или *непрерывное индентирование*) будем понимать всю совокупность методов, использующих прецизионное локальное силовое воздействие на материал и одновременную регистрацию деформационных откликов с нанометровым разрешением.

Сама идея перехода от измерения остаточных размеров отпечатка, возникающего под действием силы, приложенной к инструменту, к непрерывной регистрации кривой «нагрузка-деформация», как и первые шаги в ее развитии, принадлежит российским ученым (П. Гродзинский, М. Шоршоров, В. Алёхин, С. Булычёв). Статус количественного, инструментального, метрологически обеспеченного метода наноиндентирования приобрело только к середине 90-х годов прошлого века благодаря усилиям Дорнера, Никса, Филда, Свейна, Оливера, Фарра, Фишера–Крипса и других специалистов.

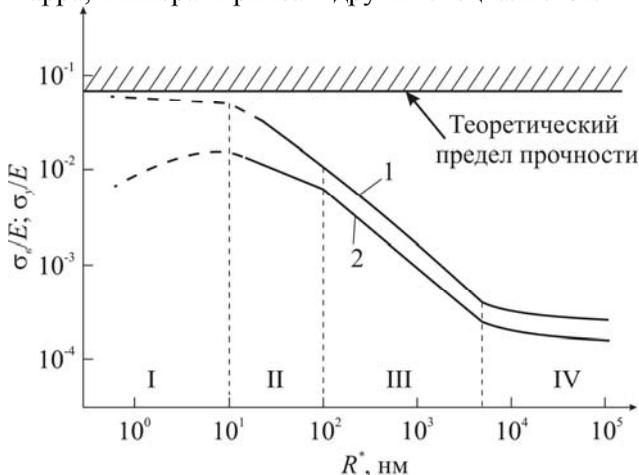


Рис. 2. Схематическое изображение зависимостей прочности σ_s (1) и предела текучести σ_y (2) от характерных размеров образца, области деформирования, размеров зерна и т.п., обобщенно обозначенных как R^* :

I – плохо исследованная область с $R^* \leq 10$ нм;

II – наномасштабная область; III – область действия закона Холла – Петча;

IV – область проявления статистических масштабных эффектов, согласующаяся с теорией Вейбула. (E – модуль Юнга)

Наноиндентирование, как совокупность подходов, конкретных методов и аппаратных средств, является практически единственным универсальным инструментом выяснения закономерностей механического поведения материалов в субмикро- и нанобъемах, тонких приповерхностных слоях и пленках. Оно появилось в результате длительной эволюции методов локального механического тестирования, в процессе которой простейший прием измерения твердости H , как отношения силы вдавливания индентора в материал P к площади отпечатка A (твердость по Бринелю) или к про-

екции этой площади на поверхность образца A_C (твердость по Мейеру), превратился в тонкий многофункциональный исследовательский инструмент. Он пригоден для решения разнообразных физических задач и выяснения фундаментальных закономерностей поведения нанометровых приповерхностных слоев и субмикронных объемов самых различных материалов – от мягких биологических до сверхтвердых алмазоподобных, используемых или планируемых к освоению всеми основными отраслями индустрии. Соответственно, и технические средства реализации теста на твердость претерпели с начала века радикальные изменения, пройдя путь от прессов, развивавших усилие в десятки – сотни кН, до прецизионных машин с разрешающей способностью до 10^{-12} м с дискретностью отсчета нагрузки ~ 1 нН.

Увеличение чувствительности и разрешающей способности (как во времени, так и в пространстве), переход к цифровым технологиям управления приборами, компьютерная обработка данных, разработка физически обоснованных моделей и способов извлечения из первичных данных реальных характеристик материалов сделали методы наноиндентирования чрезвычайно популярными в среде специалистов, занимающихся созданием и использованием наноструктурных материалов. В настоящее время методами наноиндентирования можно исследовать механические свойства в объемах от ~ 10 нм³ до ~ 10 мкм³, отличающихся в 10^9 раз!

Высокое временное и пространственное разрешение (для первого типично ~ 1 мс, а в специальных случаях ~ 1 мкс, а для второго – $0,1 \dots 0,01$ нм), а также гораздо меньшая инерционность подвижных элементов наноиндентометров по сравнению с машинами для макромеханических испытаний позволяют исследовать динамику нано-/микродеформаций в широком диапазоне скоростей и времен деформирования. Элементарные акты пластической деформации имеют слишком малые характерные времена τ^* для того, чтобы исследовать их динамику *in situ* (например, для источников дислокаций типа Франка–Рида $\tau^* \approx 10^{-7} \dots 10^{-8}$ с, для движения дислокационных сегментов между локальными препятствиями в случайной сетке стопоров $\tau^* \approx 10^{-2} \dots 10^{-6}$ с, а в рельефе Пайерлса – $\tau^* \approx 10^{-2} \dots 10^{-4}$ с). Однако возможностей наноиндентирования хватает, чтобы исследовать перемещение отдельных дислокаций и их небольших скоплений на субмикронные расстояния, т.е. напрямую можно ре-

гистрировать дислокационные события на микро- и мезоскопическом структурно-иерархическом уровне деформации. В аморфных сплавах этому соответствует образование и развитие мельчайших локализованных полос сдвига.

Методы наноиндентирования позволяют в контролируемых условиях создавать и исследовать динамические нано- и микроконтакты. Контактное взаимодействие твердых тел происходит при сухом и жидкостном трении, механической обработке (резании, шлифовании, ковке, штамповке), дроблении, измельчении, тонком помоле в шаровых и струйных мельницах, абразивном и эрозионном износе и во многих других ситуациях. Однако на атомарном и наноуровнях, наиболее важных для понимания природы этих процессов и необходимых для сознательного управления ими, информации пока явно недостаточно.

Прежде всего, необходимо учитывать, что контактное взаимодействие в наномасштабе не может быть сведено к чисто механическим процессам. Оно начинается с молекулярного взаимодействия и адгезии между сближающимися поверхностями. Приповерхностные слои сильно отличаются по структуре и свойствам от объемных. В них могут происходить сложные физико-химические процессы, включающие упругую и пластическую деформацию микровыступов, диссипацию упругой энергии по различным каналам, локальный разогрев, изменения кристаллической структуры, механохимические реакции и химическую модификацию поверхности, электрофизические и эмиссионные явления. Латеральное смещение одного контактирующего тела относительно другого, пропускание электрического тока через контакт, действие окружающей среды, электрические и магнитные поля могут сильно изменить ход этих процессов. Наноиндентирование способно существенно углубить понимание механизмов контактных явлений.

2. КОЛИЧЕСТВЕННЫЕ МЕХАНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ МАТЕРИАЛОВ, ИЗМЕРЯЕМЫЕ С ПОМОЩЬЮ НАНОИНДЕНТОМЕТРА

Одна из привлекательных особенностей наноиндентирования – возможность извлечения разнообразных количественных характеристик материала из первичных данных путем смены протокола

испытаний и программы обработки этих данных. Примерно для половины этих характеристик и свойств существуют ясные общепринятые определения, стандарты, алгоритмы и программы их выполнения. Таковыми можно считать:

- модуль Юнга E ;
- твердость H ;
- вязкость разрушения K_{Ic} ;
- локальные контактные характеристики, в частности контактную жесткость S , ее действительную S_r и мнимую S_{im} компоненты;
- критические значения силы P_c и контактных напряжений $\langle \sigma_c \rangle$ упругопластического перехода;
- макроскопический предел текучести σ_y ;
- показатель степени n в случае аппроксимации деформационного упрочнения степенным законом $\sigma = \sigma_y + B\varepsilon_p^n$, ε_p – пластическая деформация;
- диаграмму нагружения $\sigma = f(\varepsilon)$, восстанавливаемую по диаграмме $P = f(h)$;
- энергию W_{pl} , поглощенную в цикле «нагружение-разгрузка», и энергию упругого восстановления отпечатка W_e после разгрузки;
- долю упругой и пластической деформации под индентором по отношению к полной;
- показатель степени β в законе Мейера $P = Mh^\beta$ для роста силы вдавливания по мере увеличения глубины погружения конического или пирамидального индентора в материал;
- коэффициент скоростной чувствительности предела текучести и твердости $y' = \frac{\partial \ln \Delta \sigma_y}{\partial \ln \Delta \dot{\varepsilon}}$ и $y'' = \frac{\partial \ln \Delta H}{\partial \ln \Delta \dot{\varepsilon}}$ соответственно;
- скорость dh/dt , энергию активации W_a , активационный объем γ , а также показатель степени g в законе логарифмической ползучести $dh/hdt = qt^g$;
- характеристики скачков деформации (амплитуду, скорость, длительность скачков и интервал между ними), статистические характеристики ансамбля скачков в прерывистых модах пластического течения;
- области и размерно-скоростные границы режимов монотонной и скачкообразной деформации под индентором для материалов, склонных к динамическому деформационному старению (эффект Портевена-Ле-Шателье);

- внутренние напряжения в приповерхностных слоях;
- моменты образования трещин на всех стадиях испытания;
- предел контактной выносливости по отношению к знакопеременному локальному нагружению;
- пористость;
- температуру хладноломкости.

Другая группа свойств и явлений не имеет общепринятых способов описания и методов экспериментального измерения. Они оцениваются характеристиками, которые являются относительными или полуколичественными. К ним можно отнести:

- параметры различных масштабных эффектов, условия их проявления, границы инвариантности механических свойств по отношению к изменению размеров образца или морфологических единиц его структуры;
- характеристики полиморфных превращений, индуцируемых высокими контактными давлениями под индентором;
- зависимости свойств от глубины в градиентных материалах;
- положение границ и раздельное определение свойств материала пленки и субстрата в тонкопленочных структурах без приготовления поперечного шлифа и травливания поверхности;
- адгезию, характеристики отслаивания и разрушения пленочных покрытий;
- анизотропию механических свойств;
- характеристики дислокационной структуры, подвижности и взаимодействия атомарных дефектов;
- закономерности трещинообразования в зоне локальной деформации;
- показатели контактной, усталостной и абразивной износостойкости;
- атомные механизмы сильно стесненной пластической деформации, разрушения, износа и деградации поверхности;
- закономерности электрофизических, акустоэмиссионных и других вторичных контактных явлений.

Таким образом, наноиндентирование – универсальный и мощный метод исследования физико-механических свойств разнообразных материалов в наномасштабе. Прибор DNT-1 позволяет реализовать на аппаратном уровне большинство из этих функций.

3. УСТРОЙСТВО И ПРИНЦИП РАБОТЫ НАНОИНДЕНТОМЕТРА

Внешний вид цифрового наноиндентометра (ЦНИ) DNT-1/5 приведен на рис. 3. Конструкция ЦНИ DNT-1/5 и его программное обеспечение подробно рассмотрены в техническом описании и инструкции по эксплуатации ЦНИ.

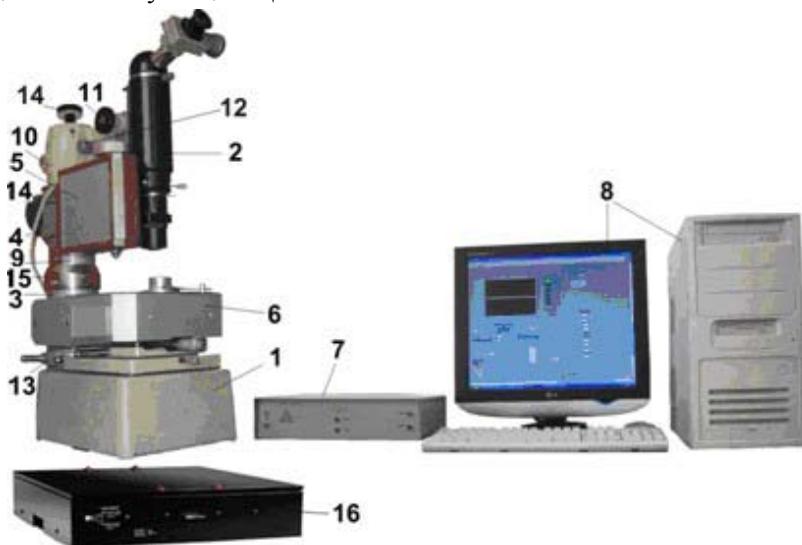


Рис. 3. Цифровой наноиндентометр DNT-1:

1 – базовая платформа; 2 – микроскоп; 3 – винтовой механизм вертикального перемещения головки; 4 – кронштейн; 5 – измерительно-силовая головка DNT-1 (головка DNT-5 крепится на то же посадочное место); 6 – моторизованный стол позиционирования; 7 – контроллер; 8 – компьютер; 9 – колонна базовой платформы; 10 – стопорный винт; 11 – регулятор грубого перемещения микроскопа;

12 – микровинт точного позиционирования микроскопа по высоте;

13 – регулятор перемещения головки по колонне; 14 – фиксатор положения головки; 15 – круговая шкала; 16 – виброзащитная платформа

Основное назначение ЦНИ – измерение нано- и микротвердости при упругопластическом контакте методом непрерывного вдавливания индентора в соответствии с требованиями ГОСТ 9450-76 (СТ СЭВ 1195-78), а также с использованием других схем измерения (стандарт ISO-14557), обеспечивающих более высокую точность ее определения при малых (с характерными размерами менее 1 мкм) отпечатках, а также оценка коэффициента трения между зондом и исследуемой поверхностью.

Кроме того, ЦНИ DNT-1/5 может быть использован для решения обширного круга задач материаловедческого характера по изучению механических и физических свойств путем локального нагружения микрообъемов исследуемого материала методами динамического наноиндентирования, царапания и измерения латеральных сил (локального трения). В основе универсальности ЦНИ лежит использование метода контролируемого внедрения алмазного индентора в поверхность твердого тела под действием плавно изменяемой нормальной нагрузки на глубину от 20...50 нм до 50 мкм при отсутствии горизонтального смещения координатного стола с образцом и измерения латеральной (боковой) компоненты нагрузки с точностью до 3 мкН при горизонтальном контролируемом перемещении координатного стола в двух координатах X и Y .

Основными узлами DNT-1/5 являются базовая платформа микротвердомера PMT-3M с оптическим микроскопом и системой видеозахвата изображения в реальном времени, универсальная модульная измерительно-силовая ячейка с опцией измерения латеральной силы, моторизованный двухкоординатный стол позиционирования и электронный контроллер, подключенный к компьютеру.

Примененная схема оптического преобразователя позволяет одновременно измерять как вертикальное (на ± 300 мкм относительно положения равновесия с точностью $\pm 0,15$ нм для головки DNT-1), так и латеральное смещение (с точностью порядка $\pm 1,5$ нм для головки DNT-1) штока в процессе нагружения индентора.

Схематично весь цикл работы прибора нормально прилагаемой нагрузкой представлен на рис. 4. Из него следует, что работа нанотвердомера начинается с автоматического поиска поверхности образца. После установления контакта с поверхностью прибор начинает цикл нагружения, параметры которого заранее задаются оператором. После достижения установленного значения P_{\max} прибор удерживает индентор в этом положении некоторое контролируемое время, по истечении которого начинается цикл разгрузки. После полной разгрузки отпечатка индентор автоматически возвращается в исходное положение. Характер изменения нагрузки P и смещения штока с индентором Δh в течение всего цикла тестирования приведен на рис. 5.

В приборе DNT-1/5 предусмотрена возможность многократного повторения циклов нагружения-разгрузки индентора как постоянным, так и нарастающим от цикла к циклу усилием.

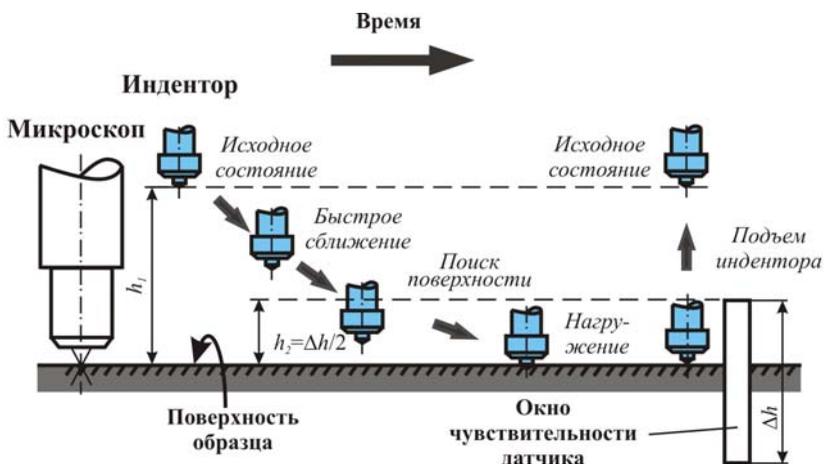


Рис. 4. Основные циклы функционирования прибора.

В процессе непрерывного вдавливания индентора в поверхность исследуемого материала величина нагрузки на индентор $P(t)$ и величина вызываемого ее приложением смещения штока $h(t)$ с дискретностью Δt регистрируются и записываются в память компьютера через электронный контроллер (рис. 5). Кинетические зависимости $P(t)$ и $h(t)$ (рис. 6, а) в дальнейшем перестраиваются в диаграмму нагружения ($P-h$ диаграмму) (рис. 6, б), анализ которой по соответствующим методикам позволяет определять весь комплекс механических характеристик материала. После специальной обработки из $P-h$ диаграммы может быть восстановлен и микроскопический аналог традиционной макроскопической диаграммы ($\sigma-\epsilon$) «напряжение – деформация».

Измеряемое при тестировании смещение индентора не равно глубине формирующегося при этом отпечатка ввиду сложного характера деформации материала и специфических особенностей самого метода измерения. Упругое восстановление глубины отпечатка после его разгрузки, упругая деформация всей поверхности образца по периметру отпечатка, вынос материала из объема отпечатка по его периметру или, наоборот, его проваливание в объем отпечатка, неоднородная и различная по величине шероховатость поверхности образцов, наличие остаточных механических напряжений в приповерхностных слоях – это физические основания необходимости коррекции результатов измерений в наноиндентировании. Малая величина измеряемых смещений требует тщательного учета условий тестирования и параметров самого инструмента.

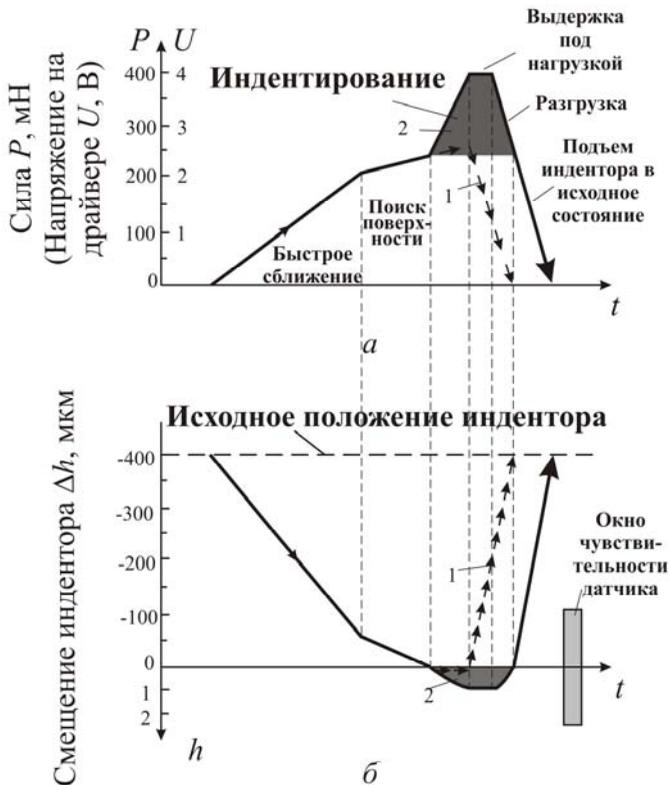


Рис. 5. Изменение нагрузки на инденторе (а) и вызываемого ею смещения индентора (б) в течение цикла тестирования (закрашенная область показывает нахождение индентора в непосредственном контакте с поверхностью)

Процесс измерения обычно начинается с процедуры поиска поверхности образца. В ее конечной фазе индентор касается поверхности и оставляет на ней начальный отпечаток, от которого и начинается отсчет глубины, поэтому начало отсчета смещения индентора при его внедрении в материал нуждается в корректировке.

Сила, прикладываемая к индентору со стороны грузовой ячейки и регистрируемая соответствующим каналом, не равна в точности силе его внедрения в материал. Они различаются на величину силы сопротивления пружин упругого подвеса подвижного штока $\Delta P_s = k_s \Delta h$. Эту разницу также необходимо учитывать при точных расчетах.

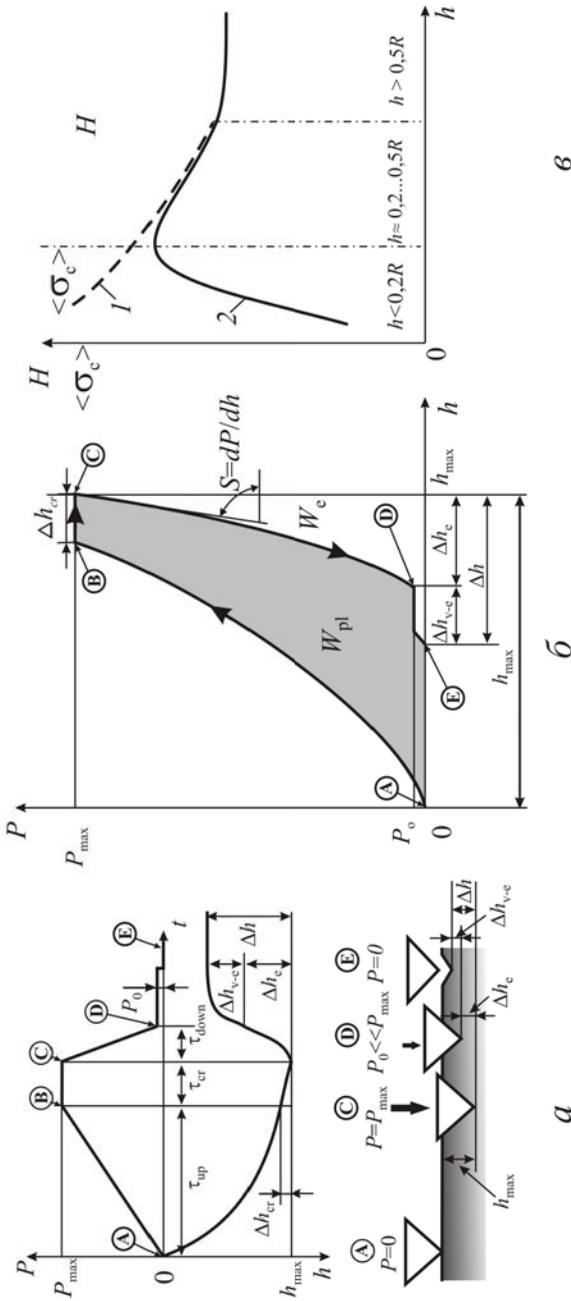


Рис. 6. Три способа представления данных, полученных методом наноиндентирования:

a – в виде кинетических кривых $P(t)$ и $h(t)$ (буквы в кружках означают характерные точки на кривых нагружения и положения индентора относительно поверхности образца; индексы при P и h означают: *up* – рост, *cr* – ползучесть, *down* – падение, *e* – упругость, *v-e* – вязкоупругость, *max* – максимальное значение);

б – в виде $P-h$ диаграммы «сила-деформация» (W_e – энергия упругого восстановления, W_{pl} – энергия, поглощаемая и рассеиваемая образцом в одном цикле нагружения-разгрузки);

в – в виде зависимости твердости по Мейеру H (среднего контактного напряжения $\langle \sigma_c \rangle$) от глубины отпечатка (l – без учета притупления кончика индентора, 2 – с учетом сферического притупления радиусом R).

Силовая рама прибора не является идеально жесткой, и поэтому при нагружении образца некоторую упругую деформацию испытывают и различные элементы ее конструкции, что вносит дополнительный вклад в измеряемое смещение индентора. Для учета упругой податливости прибора предусматривается специальная калибровка, описание которой приводится в инструкции по эксплуатации ЦНИ DNT-1/5.

Несовершенство геометрии кончика индентора также требует внесения корректив в процедуру расчета площади контакта, необходимой для определения твердости.

На результат измерений накладывается дрейф, который может быть обусловлен как деформацией ползучести материала, так и термической нестабильностью в электронных и механических узлах прибора. Для внесения поправки на ползучесть при долговременных испытаниях целесообразно предусмотреть возможность длительной выдержки индентора при неизменной величине нагрузки P_{\max} , а для учета теплового дрейфа – длительной выдержки при P_{\min} . В практике наноиндентирования коррекция дрейфов обычно проводится, когда продолжительность тестирования превышает $t = 100$ с.

В настоящем приборе перед обработкой экспериментальных данных проводится их автоматическая коррекция на:

- упругий прогиб поверхности образца;
- величину начального отпечатка;
- жесткость пружин подвеса и силовой рамы;
- отклонение формы индентора от идеальной.

В конструкции прибора учтены и другие обстоятельства, влияющие на достоверность получаемых результатов и точность измерений. Так, для корректного определения момента первого касания индентором поверхности исследуемого образца, необходимо предельно уменьшить влияние паразитных механических вибраций до уровня ~ 10 нм. Для обеспечения защиты ЦНИ DNT-1/5 от механических вибраций он устанавливается на виброзащитной платформе 100BM-6, которая обеспечивает подавление низкочастотных виброшумов на уровне -50 дБ на частотах до 3,5 Гц, что более чем на порядок величины лучше, чем у пневмосистем аналогичного назначения.

Оптический микроскоп прибора, позиционно синхронизированный с индентором измерительно-силовой ячейки, может использо-

ваться не только для наблюдения остаточных отпечатков после полной разгрузки, но и для поиска места нанесения укола, свободного от разного рода поверхностных дефектов. Для удобства наблюдения тестируемой поверхности ЦНИ укомплектован системой видеозахвата изображения в реальном времени на базе 2-мегапиксельной веб-камеры Logitech QuickCam Pro 9000 с функцией автофокуса и системой стеклянных линз, устанавливаемой на тубусе микроскопа вместо штатного окуляра и передающей информацию непосредственно в компьютер, управляющий всей работой ЦНИ. Система автофокуса камеры обеспечивает автоматическую фокусировку изображения на расстоянии до 10 см от объектива. Для ручной настройки фокуса необходимо переключиться в режим ручной регулировки в настройках автофокуса на вкладке “Settings” программного обеспечения камеры.

В процессе работы с ЦНИ на экране монитора одновременно индицируются рабочий интерфейс программы управления рабочими циклами нанотвердомера и изображение с видеомикроскопа.

4. ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

4.1. Подготовка к проведению измерений

Перед проведением измерений необходимо подготовить образец и установить рабочие режимы теста.

Подготовка образца. Для проведения теста образец должен быть жестко закреплен на столе позиционирования. Для этого в комплекте прибора DNT-1/5 предусмотрен специальный держатель. Плоский образец приклеивается на верхнюю плоскую поверхность держателя специальным клеем CRYSTAL BOND 509 AMBER, для этого необходимо выполнить ряд действий:

а) установить держатель на нагревательный элемент и нагреть до температуры $55 \div 60$ °С;

б) нанести тонкий равномерный слой клея на рабочую поверхность держателя, температура плавления и кристаллизации клея ~ 51 °С;

в) снять держатель с нагревательного элемента и прижать образец к слою клея на держателе (легкий прижим рекомендуется сохранять до перехода клея в твердое состояние);

г) держатель с образцом установить на стол позиционирования и зафиксировать его положение с помощью подпружиненных контактов, закрепленных на столе;

д) при замене образца держатель с образцом снова нагреть до 51 °С, снять образец и установить новый.

Допускается многократное использование одного и того же слоя клея для крепления разных образцов. Не рекомендуется пользоваться для нагрева держателя открытым пламенем, так как клей легко воспламеняем. Клей легко и без остатка удаляется с поверхности держателя и образца с помощью растворения в этиловом спирте при температуре 51 °С.

Установка параметров конфигурации. Файлы конфигурации, содержащие полный набор основных параметров установки и процедур определения механических свойств исследуемого материала (калибровочные коэффициенты, критерии для определения контакта с поверхностью, набор констант функции коррекции площади индентора), загружаются при запуске программы. По умолчанию используются версии файлов, которые применялись в последнем сеансе работы с прибором. Все параметры вводятся и сохраняются в конфигурационных файлах с помощью программы PRESET.

Установка режима нагружения. Импульс нагружения формируется в соответствии с рис. 7 посредством предварительного формирования в памяти компьютера амплитуд напряжения и их длительности для управления ЦАП нагружения. В отдельных окошках устанавливаются фазы линейного нарастания импульса нагружения от 0 до P_{\max} за время t_1 , выдержки в течение времени t_2 при постоянном значении P_{\max} , линейного спада от P_{\max} до P_{\min} за время t_3 и финальной выдержки при P_{\min} в течение времени t_4 . Общее время длительности импульса определяется как $t = t_1 + t_2 + t_3 + t_4$. Промежутки времени t_2 и t_4 могут быть исключены ($t_2 = t_4 = 0$), при необходимости P_{\min} также можно положить равным нулю.

При запуске процедуры измерения проводится контроль по условиям $1 < P_{\max} < 1000$ мН; $0,1 < t_1$; $0,1 < t_3 < 100$ с. Невыполнение хотя бы одного из этих условий блокирует дальнейшую работу программы вплоть до правильной установки режимов нагружения. При первичном вводе значений в соответствующие окна график импульса нагружения выводится на экран автоматически.

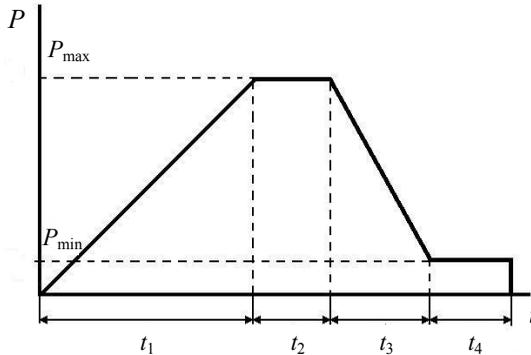


Рис. 7. Типовой импульс нагружения:

- t_1 – линейное нарастание нагрузки от 0 до максимальной величины P_{\max} ;
- t_2 – выдержка при постоянной нагрузке P_{\max} ;
- t_3 – линейный спад нагрузки до 5-10% от P_{\max} ;
- t_4 – выдержка при этом неизменном значении силы P_{\min} в течение заданного промежутка времени

4.2. Проведение измерений

Конструкция ЦНИ предусматривает минимизацию участия оператора в процессе измерения. Это достигается автоматизацией всех основных рабочих циклов при функционировании ЦНИ DNT-1/5.

Перед началом измерений подвести установленную измерительно-силовую головку с помощью штурвала 13 (см. рис. 3) к исследуемой поверхности так, чтобы расстояние от кончика индентора до поверхности образца составляло ~ 1 мм и зафиксировать ее положение двумя винтами 14.

Тумблер «Сеть» блока управления перевести в положение включено (вверх) – при этом должна загореться индикаторная лампочка.

Используя устройство для крепления стандартизованных образцов, произвести установку исследуемого объекта. Выбрать на поверхности тестируемого образца место нанесения укола индентора. Это можно выполнить двумя способами: через штатный окуляр микроскопа и с помощью системы видеозахвата.

При первом способе необходимо поворотом стола базовой платформы переместить образец под объектив микроскопа, вращением ручек грубой и точной настройки микроскопа 11 и 12 (см. рис. 3) получить отчетливое изображение поверхности и, перемещая стол

позиционирования в диалоговом режиме или с помощью джойстика в направлениях X или Y , выбрать нужное место, совместив его с перекрестием в окуляре. Затем вернуть стол базовой платформы в исходное положение и зафиксировать его в этом положении.

При втором способе нужно на место окуляра установить систему видеозахвата изображения в реальном времени на базе 8-мегапиксельной веб-камеры Logitech QuickCam Pro 9000 с функцией автофокуса и системой стеклянных линз. Инициализировать программное обеспечение камеры. Система автофокуса камеры обеспечивает автоматическую фокусировку изображения на расстоянии до 10 см от объектива. Для ручной настройки фокуса при выходе за пределы автофокусировки необходимо переключиться в режим ручной регулировки в настройках автофокуса на вкладке “Settings” программного обеспечения камеры.

В процессе работы с ЦНИ на экране монитора одновременно индицируются рабочий интерфейс программы управления рабочими циклами нанотвердомера и изображение с видеомикроскопа. Установить оптимальные параметры наблюдаемого изображения. Затем с помощью кнопок управления диалоговым режимом перемещения стола или джойстиком переместить стол в нужное положение.

Запустить на выполнение на персональном компьютере управляющую программу. Выбрать раздел “PRESET”, а в нем вкладку “Head Adjustment”.

Установить датчик смещения в окно чувствительности. Перемещением движков потенциометров “Coarse” и “Fine” установить уровень напряжения в окне “Displacement” вблизи нуля. Отметить уровень дисперсии вибрационного шума в окне “Standard Deviation” в этом положении. Кнопкой “Zero Level” привести к нулю сигнал на входе драйвера силовой ячейки. Этим завершается процедура первичной юстировки положения датчика смещения, и нажатием кнопки “Close” осуществляется возврат в основную панель “PRESET”. Последовательность дальнейших действий такова.

- В панели “PRESET” выбрать “Surface Search”.
- Установить скорость быстрого сближения индентора с поверхностью в окне “ V_{app} ($\mu\text{m/s}$)”. Рекомендуемое значение – $20 \div 40$ мкм/с.
- Установить скорость движения индентора на стадии поиска поверхности в окне “ V_{search} ($\mu\text{m/s}$)”. Рекомендуемое значение – $1 \div 5$ мкм/с. Чем больше это значение, тем быстрее происходит поиск

поверхности, однако при этом ухудшается качество первого контакта.

- Установить в окне “St. Dev. (μm)” величину дисперсии в несколько раз меньше, чем наблюдалось в окне “Standard Deviation” для свободно подвешенного индентора. Завышение значения “St. Dev.” приведет к преждевременному срабатыванию и ложному определению поверхности. Заниженных значений “St. Dev.” может вообще не оказаться в сигнале, и тогда даже при касании зондом поверхности ее положение не будет определено.

- Установить в окне “S (N/m)” величину жесткости контакта несколько больше жесткости плоских пружин подвеса индентора. Завышение значения S может привести к нежелательному формированию большого начального отпечатка, а его занижение приведет к преждевременному срабатыванию и ложному определению поверхности.

- Нажать кнопку “Start”. Если при установленных параметрах сближения поверхность найдена, то в окне “Displacement” панели автоматического поиска поверхности наблюдается резкое изменение наклона зависимости $V(t)$, а индикатор “Surface Found” светится зеленым цветом. Выберите оптимальную величину дисперсии, по уровню которой детектируется поверхность, повторив процедуру при разных значениях дисперсии. Сохраните найденные установочные параметры в конфигурационный файл.

Выйти из “Surface Search”. Выбрать один из доступных режимов тестирования, предварительно выполнив все указания п. 4.1.

При включении прибора индентор автоматически устанавливается в крайнее верхнее положение, за пределами окна чувствительности фотоприемника датчика смещения. При запуске измерений он начинает быстро сближаться с поверхностью до тех пор, пока не попадает в окно чувствительности датчика. В этом положении скорость сближения резко уменьшается – начинается цикл поиска поверхности. По установленным критериям поиска индентор находит поверхность, касаясь ее своим острым кончиком. В наладочном режиме цикл функционирования головки на этом завершается – параметры поиска поверхности определены и индентор возвращается в исходное состояние. В режиме измерений после определения поверхности автоматически начинается нагружение образца заранее сформированным импульсом силы, разгрузка образца и возврат индентора в исходное положение (см. рис. 7).

Для управления рабочими циклами и контроля измеряемых и вычисляемых параметров тестируемого материала в процессе динамического индентирования служит программа “TESTING”. Интерфейс программы разбит на несколько отдельных панелей:

- панель параметров импульса нагружения;
- панель состояния прибора;
- панель результатов вычисления;
- панель усреднения экспериментальных данных;
- панель управления столом позиционирования “MOTOR STAGE”;
- панель управления выводом графиков.

Назначение всех перечисленных панелей подробно описано в инструкции по эксплуатации ЦНИ.

Запуск процедуры измерения осуществляется нажатием кнопки “START” на панели “TESTING”. Свечение индикатора “Initial” на панели “TESTING” свидетельствует о том, что на измерительно-силовую головку прибора подано питающее напряжение и индентор находится в крайнем верхнем, исходном положении. По завершении теста индентор автоматически поднимается в крайнее верхнее положение и прибор готов к следующему испытанию. Если характер теста идентичен предыдущему, нажмите кнопку “REPEAT”, с помощью моторизованного стола переместите индентор в новое положение и запустите тест кнопкой “START”.

Результат каждого испытания можно сохранять нажатием кнопки “SAVE”. Для экстренной остановки рабочего цикла тестирования нужно воспользоваться кнопкой “STOP”. Кнопкой “CLOSE” осуществляется возврат в главное меню программы управления.

Для просмотра сохраненных файлов данных предназначена программа “VIEWER”. Из этой панели данные могут быть экспортированы в формат математического процессора “EXCEL” при необходимости их дальнейшей обработки.

4.3. Обработка результатов измерений

4.3.1. Методики расчёта твердости и модуля Юнга

Метод Оливера–Фарра (МОФ). Весь комплекс информации о механических свойствах приповерхностного слоя исследуемого материала получается из анализа регистрируемых $P - h$ диаграмм. Разработано много различных способов извлечения информации о свойствах материала из диаграмм нагружения. Но во всех методи-

ках твердость H определяется отношением приложенной в данный момент силы P к контактной площади A_c :

$$H = P/A_c, \quad (1)$$

т.е. по сути подобно твердости по Мейеру. Однако величина A_c при этом не измеряется непосредственно, а рассчитывается по контактной глубине h_c невосстановленного отпечатка (рис. 8). Основные трудности при таком подходе заключаются в корректном определении h_c и функции, связывающей h_c и A_c , $A_c = f(h_c)$.

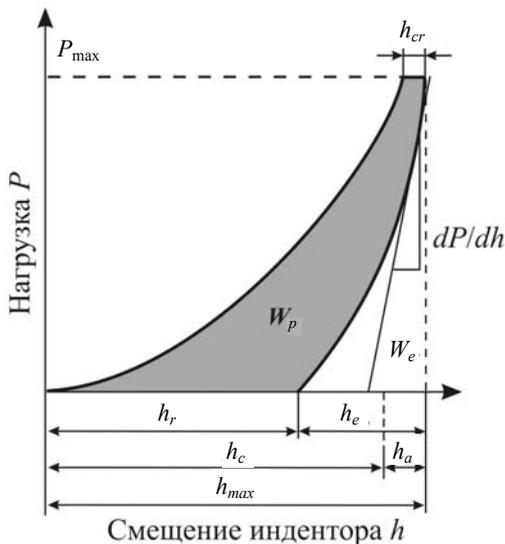


Рис. 8. Анализ диаграммы нагружения по методу Оливера–Фарра:
 h_r – глубина остаточного отпечатка; h_e – упругое восстановление;
 h_p – контактная глубина отпечатка при максимальной нагрузке на индентор;
 h_a – упругий прогиб поверхности образца;
 h_{max} – максимальная глубина отпечатка при максимальной нагрузке P_{max} ;
 h_{cr} – ползучесть при $P = const$;
 W_p – работа пластической деформации при формировании отпечатка;
 W_e – работа упругой деформации;
 $dP/dh = S$ – жесткость в контакте индентор-образец

В литературе описано несколько десятков методов извлечения из $P-h$ диаграмм различных характеристик материала (H , E , S , W_{pl} , W_e и др). Метод У.Оливера и Дж. Фарра (МОФ) в настоящее время взят за основу многих национальных и международных стандартов для проведения механических испытаний методом непрерывного вдавли-

ливания индентора. Этот метод позволяет корректно определять в широком диапазоне нагрузок величины H , S , E и другие характеристики материала с учетом реального закругления в вершине пирамидального индентора, упругого прогиба поверхности в области контакта, жесткости силового контура прибора, дрейфов и др. Величина h_c , необходимая для вычисления H , находится в МОФ из соотношения $h_c = h_{\max} - \varepsilon_c P_{\max}/S$, где $S = dP/dh$ – контактная жесткость на начальном участке ветви разгрузки (рис. 8); ε_c – коэффициент, зависящий от геометрии индентора. Для конуса $\varepsilon_c = 0,72$; для параболоида вращения $\varepsilon_c = 0,75$; для плоского поршня $\varepsilon_c = 1$. В международном стандарте ISO 14577 для индентора Берковича (наш случай) принимается $\varepsilon_c = 0,75$. Для больших нагрузок ($P_{\max} \geq 1$ Н) инденторы Берковича и Виккерса можно считать идеальными и принять $A_c = 24,5h_c^2$. Однако при малых нагрузках необходимо учитывать реальную форму кончика индентора. Ряд способов нахождения $A_c = f(h_c)$ будет описан дальше.

Модуль Юнга E испытываемого материала находится из выражения

$$S = \beta \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A_c}, \quad (2)$$

где β лежит в интервале от 1,02 до 1,08 для разных случаев. В отсутствие предварительной информации принимается $\beta = 1,05$. Экспериментально найденные значения S и A_c позволяют определить приведенный (эффективный) модуль Юнга в контакте E_r . В свою очередь он связан с упругими константами испытываемого материала соотношением

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu^2}{E} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i}, \quad (3)$$

где E и E_i – модули Юнга; ν и ν_i – коэффициенты Пуассона испытываемого материала и индентора соответственно.

Таким образом, для того чтобы по методу Оливера–Фарра определить упругий модуль и твердость, достаточно найти из диаграммы нагружения величину жесткости контакта S . Простое графическое дифференцирование разгрузочной ветви P – h диаграммы пригодно для материалов, у которых не менее 75 % разгрузочной кривой можно аппроксимировать линейной зависимостью. В МОФ предложено определять величину S по аппроксимирующей степенной функции вида $P = k_i(h_{\max} - h_r)^m$, k_i и m – материальные константы.

Для подавляющего большинства материалов значение константы m в лежит в диапазоне 1,25 – 1,51. Для каждого из этих материалов константы имеют очень маленькое рассеяние, но заметно отличаются друг от друга.

Соотношение

$$\frac{P}{S^2} = \frac{\pi}{(2\beta)^2} \frac{H}{E^2} \quad (4)$$

не зависит от глубины отпечатка, контактной площади, наличия «навалов» и «провалов» материала около отпечатка и позволяет вычислить величину H или E , если одна из них известна. Это бывает весьма полезно при определении H в тонких пленках на подложке, особенно, когда их модули Юнга близки. Замечено также, что отношение P/S^2 хорошо коррелирует с некоторыми трибологическими характеристиками.

Существенная составляющая МОФ – способ учета реальной геометрии кончика индентора. В наноиндентировании площадь контакта A_c , соответствующая глубине отпечатка h_p , вычисляется из геометрических соображений. Один из способов расчета функции площади индентора в методе МОФ является процедура калибровки по пробным отпечаткам. Она осуществляется по результатам нескольких десятков измерений нанотвердости на эталонных материалах (одном или двух) во всем диапазоне рабочих нагрузок. В качестве эталонных используются изотропные материалы со средней твердостью и известными модулями Юнга и коэффициентами Пуассона (например, плавленый кварц или стекло ВК7), а также материалы с высоким значением модуля Юнга (например, сапфир).

Приведенный модуль Юнга E_r для пары материал-индентор в выражении (3) должен быть известен, что позволяет определить площадь контакта $A_c = \frac{\pi S^2}{4E_r^2}$ для каждого значения нагрузки. Далее

строится график зависимости $A_c = f(h_p)$. Если бы индентор был идеальным, эта зависимость была бы квадратичной: $A_c = 24,5h_p^2$.

Для реального индентора получаемая экспериментально зависимость $A_c = f(h_p)$ аппроксимируется кривой вида

$$A_c = C_0 h_c^2 + \sum_{i=1}^n C_i h_c^{1/m}, \quad (5)$$

где $m = 1, 2, 4, 8, 16, 32$. Коэффициент $C_0 = 24,5$ (для индентора Берковича), а остальные коэффициенты C_i подбираются из условия

наилучшего соответствия получаемой зависимости экспериментальной кривой.

Функцию площади индентора можно найти из прямого независимого измерения геометрии его вершины с помощью электронной или атомно-силовой микроскопии. Прямое измерение эквивалентного радиуса сферического притупления индентора позволяет использовать более простой вид функции площади, содержащий всего три слагаемых:

$$A_c = \frac{\pi h_c^2}{\operatorname{ctg}^2 \varphi_c} + 4\pi R h_c + 4\pi R^2 \operatorname{ctg}^2 \varphi_c, \quad (6)$$

где $\varphi_c = 70,8^\circ$ – эквивалентный угол конуса для индентора Берковича; R – радиус притупления острия индентора; h_c определяется непосредственно из P - h диаграммы.

Метод Оливера–Фарра получил широкое распространение, хотя он и не свободен от погрешностей, нарастающих по мере роста пластичности материала. При расчете H и E по формуле (5) используется величина контактной площади A_c , определяемая по наклону кривой разгрузки на P - h диаграмме, т.е. от отношения σ_y/E , при уменьшении которого точность определения A_c падает. Большую роль при этом играют навалы материала вокруг отпечатка, что приводит к увеличению реальной величины A_c по сравнению с расчетной, а следовательно, к завышению H и E , тем более сильному, чем меньше коэффициент деформационного упрочнения. Поэтому МОФ и его модификации дают приемлемые результаты при испытании жестких материалов. Однако применительно к мягким металлам он дает значительные погрешности. Предложено множество способов его модификации и усовершенствования. В частности, замечено, что восьмичленный полином, описывающий форму кончика индентора в МОФ, без большого ущерба для точности может быть заменен корректно подобранным двучленным, если глубина отпечатка h не слишком мала. Реально это является хорошим приближением для h больше нескольких десятых долей эквивалентного радиуса притупления индентора.

Энергетический подход Сакаи. Д. Тэйбор впервые заметил, что твердость H коррелирует с удельными затратами энергии на формирование пластического отпечатка W_{pl}/V . Это позволило М. Сакаи разработать энергетический подход (ЭПС) по определению характеристик материала по площади, заключенной между кривыми нагрузки и разгрузки на P - h диаграмме. С помощью полуэмпири-

ческих рассуждений между твердостью и модулем упругости, с одной стороны, и затратами энергии на формирование отпечатка, с другой, была установлена следующая связь:

$$H = \alpha_1 c_3 (W_p + W_e) / W_p, \quad (7)$$

$$E_r = \alpha_2 c_3 (W_p + W_e) / W_e. \quad (8)$$

Здесь $\alpha_1 = 0,0408$ (для индентора Берковича); $\alpha_2 = (1 - \nu^2)\pi^2/4\text{tg}\varphi_c$; c_3 – коэффициент при квадратичном члене в полиномиальной аппроксимации нагрузочной кривой ($P = c_2 h + c_3 h^2$); W_p – работа пластической деформации; W_e – работа упругой деформации.

Моделирование процесса деформации по методу конечных элементов (МКЭ). Альтернативой МОФ и ЭПС является компьютерное моделирование процесса деформации, которое приобретает все больший размах в связи с ростом возможностей современных вычислительных комплексов. Чаще всего используются методы молекулярной динамики и конечных элементов (МКЭ), перекрывающие масштабы от атомного до макроскопического. Этот метод широко используется как для проверки и уточнения МОФ, так и для самостоятельного расчета полей деформации и напряжений в окрестностях отпечатка. При таком подходе поведение деформируемой среды обычно описывается деформационной кривой, сшитой из двух простых функций:

$$\sigma = \begin{cases} E\varepsilon & \text{при } \varepsilon \leq \varepsilon_y; \\ \sigma_y (\varepsilon / \varepsilon_y)^n & \text{при } \varepsilon > \varepsilon_y, \end{cases} \quad (9)$$

где σ_y – предел текучести; n – коэффициент деформационного упрочнения; $\varepsilon_y = \sigma_y / E$.

Я. Ченг и Ч. Ченг предлагают собственную модель (М2Ч), которую с успехом используют для анализа широкого круга материалов. В частности, ими показано, что $(W - W_e)/W_e \approx 1 - 5H/E_r$. После простых преобразований это приводит к соотношению: $P_{\max}/S = \pi H/4E_r^2$, аналогичному выражению (4). М2Ч основана на найденной авторами корреляции H/E^* и W_e/W (W_e – работа упругой деформации при разгрузке, W – полная работа деформации). Это позволяет исключить из уравнений типа (2) не определяемую прямо в эксперименте контактную площадь A_c и записать

$$\begin{aligned} E_r &= \pi/(4\beta^2) f(W_e/W) S/P_{\max}, \\ H &= \pi/(4\beta^2) [f(W_e/W)]^2 S^2/P_{\max}, \end{aligned}$$

где корректирующая функция $f(W_c/W)$ находится для конкретного материала с помощью МКЭ.

4.3.2. Метод склерометрии

Определение твердости путем царапания одних твердых тел другими более твердыми представляет древнейший способ оценки прочности вещества. Малое распространение приборов, основанных на способе царапания, объясняется не только недостатками самого испытания, сложностью методики и большими погрешностями, но и отсутствием достаточно надежно обоснованной методики расчета, а также склерометров, удовлетворяющих современным требованиям. Наконечники наиболее распространенных склерометров имеют самую разнообразную форму, и оценка твердости производится принципиально различными способами. В связи с этим результаты испытаний, выполненных на разных приборах, оказались не сопоставимы между собой, а размерности твердостей неодинаковы. Нечто подобное до середины 90-х годов прошлого века происходило и в наноиндентировании – отсутствие единообразных требований к аппаратуре и методике исследований породило массу артефактов и ускорило внедрение международного стандарта требований к тестированию методом непрерывного вдавливания индентора.

Метод царапания (склерометрия) позволяет быстро и наглядно характеризовать микротвердость различных структурных составляющих, выявлять упрочнение у границ кристаллов, изучать анизотропию кристаллов, характеризовать износостойкость точнее, чем методом вдавливания индентора, определять без изготовления специальных образцов сложной конфигурации такие механические характеристики, как истинное сопротивление разрыву и пр.

Твердость физически однородного материала должна иметь характер материальной константы, независимой от величины нагрузки на наконечник или от величины работы, затрачиваемой на царапание. Кроме того, расчет твердости должен производиться таким образом, чтобы она имела реальный физический смысл и правильную размерность. Если царапание производится достаточно медленно, так что его можно считать статическим испытанием, то для соблюдения первого требования необходимо, чтобы оно было основано на законе механического подобия для статических условий, т.е. при царапании одного и того же физически однородного тела индентором, дающим царапины с геометрически подобными сече-

ниями, отношение сил к квадратам соответствующих размеров царапин или к соответствующим площадям, а также отношение работ к кубам соответствующих размеров царапин или к объемам должны сохраняться постоянными. Экспериментально показано существование линейной зависимости между нагрузкой и квадратом ширины царапины.

В качестве силы выбирают вертикальную нагрузку на индентор F_N или горизонтальную тянущую силу F_L , а в качестве работы – работу $A_{ск}$, затрачиваемую на царапание. Для приведения в соответствие твердости царапания со статической твердостью делят нагрузку на площадь поверхности контакта наконечника с материалом в процессе царапания или на проекцию этой площади.

Таким образом, твердость, определяемую методом царапания, можно рассчитывать: 1) как отношение вертикальной нагрузки к площади проекции контактной поверхности на плоскость образца; 2) как отношение вертикальной нагрузки к площади поверхности контакта образца с наконечником; 3) как отношение работы царапания к объему царапины.

Для трехгранной пирамиды Берковича при царапании ребром вперед расчет твердости по первому методу проводят с использованием следующего выражения

$$H = \frac{F_N}{b^2 / 2\sqrt{3}} = \frac{3,464F_N}{b^2}, \quad (10)$$

где F_N – нормальная нагрузка на индентор; b – ширина царапины. Твердость, рассчитанная по формуле (10), имеет смысл среднего контактного давления. При царапании пирамидой Берковича гранью вперед числовой коэффициент в формуле (9) увеличивается до 6,928, что свидетельствует о том, что ширина царапины в этих двух случаях будет различной.

В нанотвердомере DNT-1/5 метод склерометрии реализуется за счет применения моторизованного стола позиционирования, который осуществляет горизонтальное перемещение стола с образцом. Рабочие циклы совместной работы стола и головки нагружения приведены на рис. 9. Из него следует, что этот режим может осуществляться как при неизменной нормальной нагрузке F_N , так и при F_N , линейно нарастающей по времени. Результат такого тестирования приведен на рис. 10. В этом случае, измерение ширины царапины на различных ее участках позволяет исследовать зависимость твердости от нагрузки на индентор. Дополнительно возможность прямого и реверсивного движения стола по одной и той же

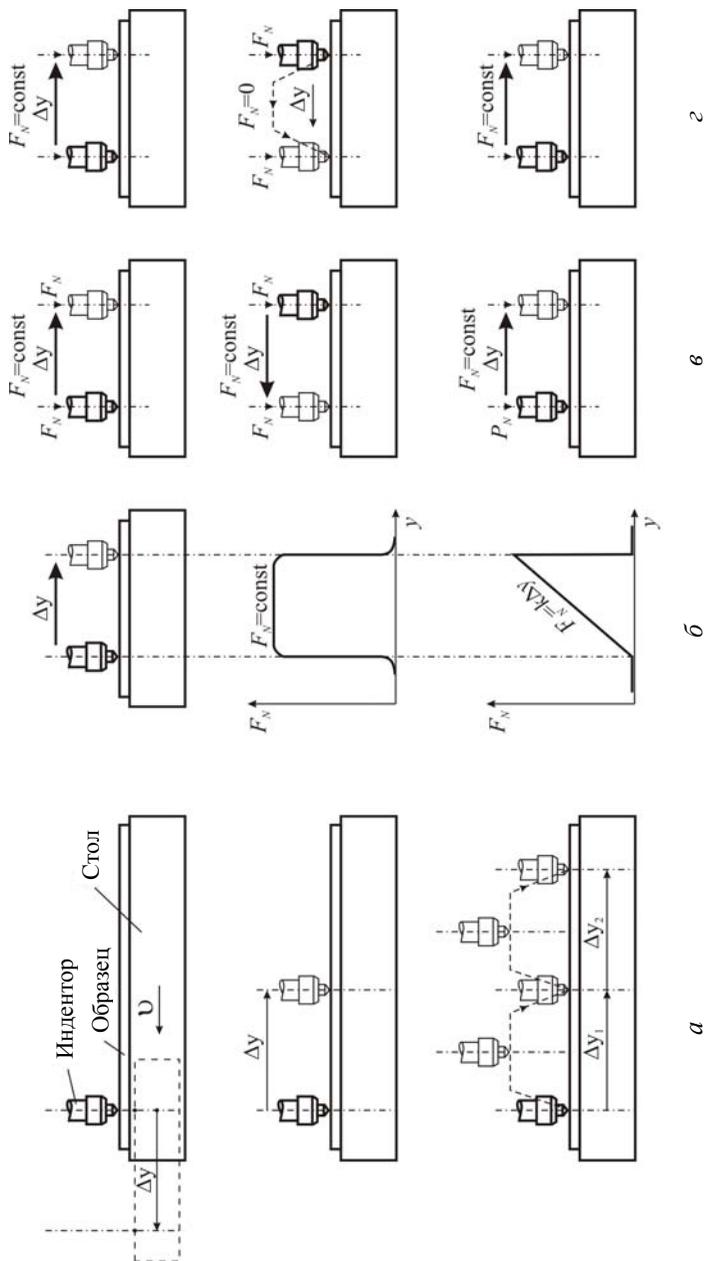


Рис. 9. Работа стола и головки: *a* – положение строки отпечатков; b – постоянная и линейно нарастающая во времени F_N ; *в* – реверсивное движение стола; *г* – многократное однонаправленное скольжение

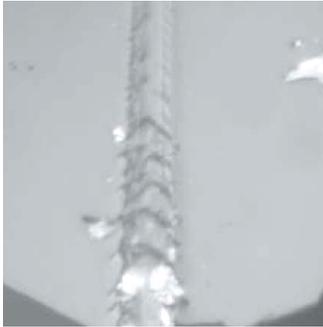


Рис. 10. Царапина на поверхности плавленого кварца, полученная при линейно нарастающей нормальной нагрузке

траектории позволяет осуществлять многократное царапание вдоль одного направления, что может служить моделью процесса абразивного износа. Для измерения ширины царапины можно использовать оптический видеомикроскоп нанотвердомера.

4.3.3. Латеральные моды тестирования

Наличие у прибора моторизованного двухкоординатного предметного столика с компьютерным управлением позволяет использовать его не только для традиционного индентирования нормально прилагаемой нагрузкой, но и осуществлять контролируемое царапание поверхностного слоя, измерение локального коэффициента трения и исследование профиля поверхности. При этом для нагружения индентора в плоскости, нормальной к поверхности образца, используется та же универсальная измерительно-силовая головка, что и в традиционном тесте на твердость. Нормальная составляющая усилия может быть как постоянной по величине, так и нарастающей или убывающей по линейному закону в течение теста. Одновременное перемещение образца в горизонтальной плоскости (за счет контролируемого движения предметного стола) приводит к возникновению латеральной составляющей силы, под действием которой шток с индентором отклоняется от первоначально вертикального положения. Величина латеральной силы при этом определяется жесткостью K_L пружин подвеса штока с индентором в направлении перемещения образца и величиной измеряемого смещения Δu :

$$F_y = K_L \Delta u. \quad (10)$$

При очень маленьких нормальных нагрузках на индентор ($\sim 20 \dots 100$ мкН), не вызывающих необратимой деформации в большинстве известных материалов, этот режим измерений позволяет исследовать топологию поверхности под острием индентора, т.е. наноиндентометр фактически работает в режиме контактного профилометра. Латеральная сила при этом должна быть также очень малой.

При увеличении нормальной составляющей усилия на индентор до $1 \dots 10$ мН даже при использовании острого индентора Берковича доля пластической деформации в общей деформации под индентором относительно невелика. В этом случае измерение латеральной силы позволяет оценить силу трения в контакте “индентор – исследуемый материал”. Однако, для того чтобы полностью исключить пластическую деформацию из измерения трения, целесообразно заменить острый пирамидальный индентор на сферический индентор с большим радиусом. Это, во-первых, гомогенизирует распределение механических напряжений в материале под индентором, а во-вторых, при радиусе сферы порядка $R \sim 1$ мм даже нормальные нагрузки $F_N \sim 200 \dots 300$ мН не приведут к пластической деформации материала под индентором.

Очевидно, что при подключении латеральных мод возможности оценки нанотрибологических свойств поверхности значительно расширяются. Латеральная мода дает возможность исследовать коэффициент трения, пластическую деформацию, разрушение, износ и другие процессы в наношкале и даже с атомным разрешением.

Физические теории сухого трения и абразивного износа, начавшие развиваться с середины прошлого века, рассматривают в качестве первичных актов кратковременное адгезионное взаимодействие и схватывание вершин контактирующих неровностей микрошероховатых поверхностей, их пластическую деформацию или срезание. Износостойкость по всем этим механизмам, согласно простым теориям, обратно пропорциональна динамической нано-/микротвердости H_d материала. Однако до последнего времени невозможно было корректно измерить H_d и сопоставить экспериментальные данные с теоретическими предсказаниями (в особенности с учетом масштабных эффектов – размерных и скоростных). Современные представления включают помимо H_d необходимость учета E и K_{Ic} в той или иной степени (в случае химического воздействия окружающей среды – еще и роль химической модификации поверхности). Химическая деградация поверхности также может изучаться зондовыми методами.

Таким образом, весь арсенал наноиндентирования может быть использован для создания физических основ нанотрибологии, претендующей стать принципиальным фундаментом одной из древнейших полуэмпирических наук – учения о сухом трении и износе.

5. ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОСТЬ ДЕЙСТВИЙ ПРИ ВЫПОЛНЕНИИ РАБОТЫ

Измерение микротвёрдости и модуля Юнга проводится на плоскопараллельных металлических пластинах толщиной 3 мм. Задание на проведение измерений выдаёт преподаватель. Для выполнения работы необходимо выполнить ряд действий.

1. Ознакомиться с порядком выполнения измерений (п. 4) и инструкцией по эксплуатации ЦНИ.

2. Включить компьютер и ЦНИ соответствующими тумблерами.

3. В папке «Рисунки» – «Лаб. работа» на рабочем столе управляющего компьютера создать свою директорию, в которую будут помещены все файлы экспериментальных данных, полученных в ходе выполнения работы.

4. Установить исследуемый образец с его держателем на рабочий стол ЦНИ.

5. Приступить к измерениям в соответствии с порядком их выполнения, описанным в п. 4.

6. Для каждого из анализируемых образцов необходимо запомнить файл с микроструктурой того места образца, на котором проводились измерения микротвёрдости и модуля Юнга.

5. Ошибки проводимых измерений оцениваются по 8 – 10 результатам, полученным для центральных областей большого зерна (размер зерна >> размера отпечатка).

6. Результаты измерений заносятся в заранее подготовленную таблицу, которую подписывает преподаватель, проводящий занятия.

7. По окончании измерений необходимо выключить все приборы (наноиндентометр, блок управления, компьютер).

По результатам выполненной работы необходимо подготовить отчёт, который должен содержать:

- титульный лист, подписанный студентом;

- описание цели работы;
- методы измерения микротвёрдости и расчёта модуля Юнга;
- заполненную таблицу результатов;
- заключение.

Примечание. В отчёт в обязательном порядке должны входить таблицы с первичными данными, подписанные ведущим занятия.

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Какие механические характеристики металлических материалов можно оценить с помощью наноиндентометра?
2. Каковы основные этапы измерения механических свойств с помощью наноиндентометра?
3. Какие существуют методы расчета твёрдости и модуля Юнга по экспериментальным кривым внедрения индентора?
4. Что собой представляет метод склерометрии и как рассчитываются механические свойства в рамках данного метода?
5. Каковы механизмы зависимости механических свойств поликристаллических материалов от размера их зерна?
6. Каковы причины погрешностей измерения твёрдости и модуля упругости и способы их устранения?

СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Головин Ю.И. Введение в нанотехнику. – М. Машиностроение, 2007.
2. Федосов С.А., Пешек Л. Определение механических свойств материалов микроиндентированием. Современные зарубежные методики. – М.: МГУ, 2004.
3. Булычев С.И., Алехин В.П. Испытание материалов непрерывным вдавливанием. – М. Машиностроение, 1990.
4. Валиев Р.З., Александров И.В. Объемные наноструктурные металлические материалы. – М.: Академкнига, 2007.
5. Морозов Е.М., Зернин М.В. Контактные задачи механики разрушения. – М.: Машиностроение, 1999.
6. Лихачев В.А., Малинин В.Г. Структурно-аналитическая теория прочности. – СПб.: Наука, 1993.

Исаенкова Маргарита Геннадьевна
Перлович Юрий Анатольевич
Головин Юрий Иванович

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ НАНОИНДЕНТОМЕТРА
ДЛЯ ОЦЕНКИ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ
МАТЕРИАЛОВ

Лабораторный практикум

Редактор М.В. Макарова

Подписано в печать 07.11.2008. Формат 60x84 1/16.
Печ.л. 2,25 Уч.-изд.л. 2,5 Тираж 120 экз.
Изд. № 3/73. Заказ №

Московский инженерно-физический институт
(государственный университет).
115409, Москва, Каширское ш., д.31

Типография издательства «Тривант».
г. Троицк Московской области