



«Новые методы определения твёрдости материалов»

Лекция 37

Lec_37_metod_opr_tverd_3MC_LNA_05_02_2015

Оценка свойств материалов в микро- и нанобъёмах методом инструментального индентирования

**Профессор Мощенок В.И.
Доцент Лалазарова Н.А.**

Содержание



37.1. Наноматериалы и нанотехнологии



37.2. Инструментальное индентирование



Список литературы



Контрольные вопросы

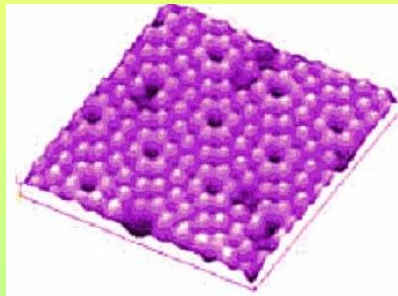


Задания для самостоятельной работы

37.1. Наноматериалы и нанотехнологии

Нанотехнология – это область науки и техники, которая занимается изучением свойств объектов и разработкой устройств со структурными элементами менее 100 нм ($1 \text{ нм} = 10^{-9} \text{ м}$). Однако система получила приставку «нано» не потому, что её размер становится меньше 100 нм, а вследствие того, что её свойства начинают зависеть от размера.

Первое упоминание о методах, которые впоследствии назовут нанотехнологией, сделал в 1959 г. американский физик Ричард Фейнман, который научно доказал, что с точки



Изображение поверхности монокристаллического кремния, полученное с помощью STM

зрения законов физики нет никаких препятствий к тому, чтобы создавать материальные объекты прямо из атомов, перемещая их механически при помощи манипулятора.

Впервые термин «нанотехнология» в 1974 г. использовал японский физик Норио Танигучи, который предложил назвать этим термином производство объектов размеров порядка нанометров.

Наноматериалы и нанотехнологии

Развитие нанотехнологий – одна из главных тенденций технического прогресса. В настоящее время нанотехнологии и наноматериалы активно внедряются в следующих областях:

•**Материаловедение:** нанофазные и композитные материалы, ультрадисперсные твердые сплавы, новые сверхтвердые материалы, конструкционные наноматериалы, нанобиоматериалы.

•**Технологии:**

полупроводниковые технологии, медицинские приложения, инженерные приложения:

автомобильная промышленность, авиа- и ракетостроение, приборостроение, добывающая промышленность.

•**Изделия:** устройства хранения информации, микро- и нано-электромеханические системы (МЭМС и НЭМС), обрабатывающий инструмент, алмазы и алмазные порошки.

•**Тонкие пленки и покрытия:** декоративные, защитные, износостойкие, антифрикционные, биоактивные.

Наноматериалы и нанотехнологии

Все перечисленные направления развития нанотехнологий требуют развития средств и методов исследований и контроля свойств новых материалов.

Одними из важнейших величин, характеризующих материалы и объекты, являются их **механические свойства**.

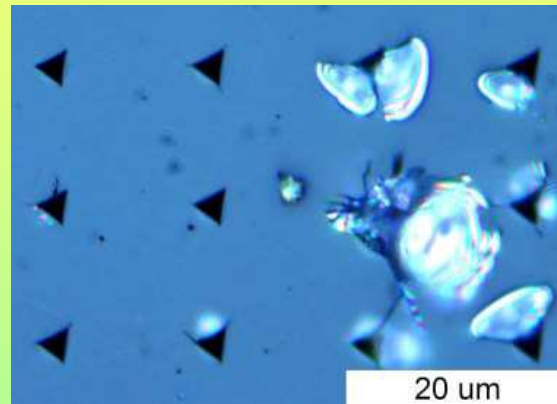
Они непосредственно определяют потребительские качества конструкционных наноматериалов, защитных, износостойких и антифрикционных покрытий,

а также являются косвенными показателями качества и возможности применения наноматериалов в электронике, медицине и т.д. К механическим свойствам наноматериалов относятся как размерные величины описывающие фундаментальные свойства материалов (упругие модули, пределы текучести, прочности), так и безразмерные, характеризующие поведение материалов в конкретных условиях испытаний (характеристики твердости, трещиностойкости, износостойкости, адгезии и т.д.).

Наноматериалы и нанотехнологии

Задача измерения локальных механических свойств решается контактными методами. Из них наиболее технически и метрологически обеспеченный – метод инструментального индентирования (ISO 14577).

В последние годы был достигнут значительный прогресс в изучении механических свойств материалов на субмикронном и нанометровом уровне.

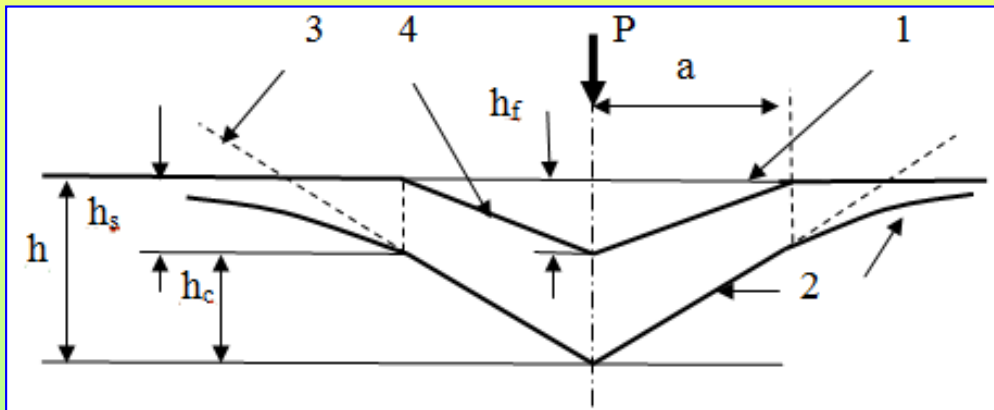


Данные достижения стали возможными благодаря техническому и методическому развитию средств твердометрии и

возникновению нового метода, позволившего проникнуть в область механических деформаций на микро- и нанометровом масштабе. В основе метода лежит **непрерывное измерение нагрузки и перемещения индентора** в процессе индентирования и построение зависимости приложенной силы от глубины внедрения.

37.2. Инструментальное индентирование

Название метода в различных работах приводят как «измерительное» или «инструментальное» индентирование, что является вариантами перевода термина «instrumented indentation», применяемого в иностранной литературе и нормативных документах (стандартах).



Схематическое представление сечения отпечатка: 1 - начальная поверхность; 2 - поверхность под нагрузкой; 3 - индентор; 4 - поверхность после снятия нагрузки

Основоположники этого метода Булычев и Алехин назвали этот метод кинетическим индентированием.

Наиболее часто с помощью измерительного индентирования измеряется модуль упругости E и твердость H .

В общем случае основные данные получают из полного цикла нагрузки-разгрузки.

Инструментальное индентирование

Метод кинетической твердости заключается в непрерывной регистрации процесса вдавливания индентора в координатах: «нагрузка на индентор P - глубина внедрения индентора h в поверхность исследуемого материала».

Основное преимущество

метода состоит в том, что сделан переход от регистрации лишь конечного результата испытания к изучению

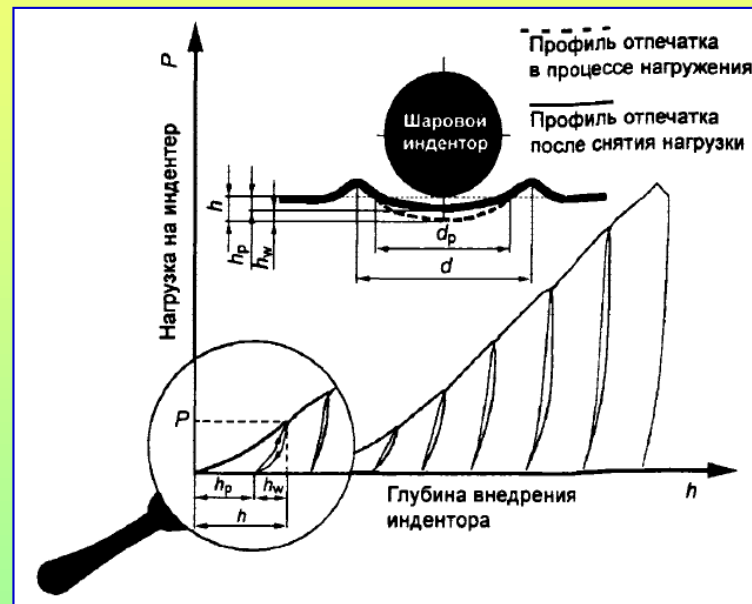


Диаграмма вдавливания шарового индентора при измерении твердости кинетическим методом

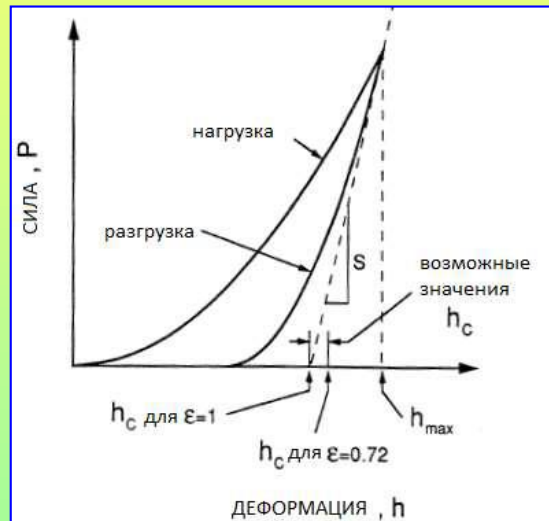
всей кинетики процесса упругопластического деформирования вдавливанием индентора.

Для макроиспытаний методом кинетической твердости наиболее перспективным при изучении процессов локального деформирования является использование шарового индентора.

Инструментальное индентирование

По Европейскому стандарту (DIN 60359-1; E ISO 14577-1) кинетическая твердость называется универсальной, и число твердости обозначается цифрами, характеризующими величину твердости со стоящим после них символом НУ (например, 360 НУ).

При этом в качестве индентора используется в основном пирамида Виккерса.



В процессе внедрения индентора непрерывно измеряется сила вдавливания P и соответствующая ей глубина внедрения h вершины индентора. Универсальная твердость НУ вычисляется как отношение нагрузки к площади поверхности невосстановленного отпечатка

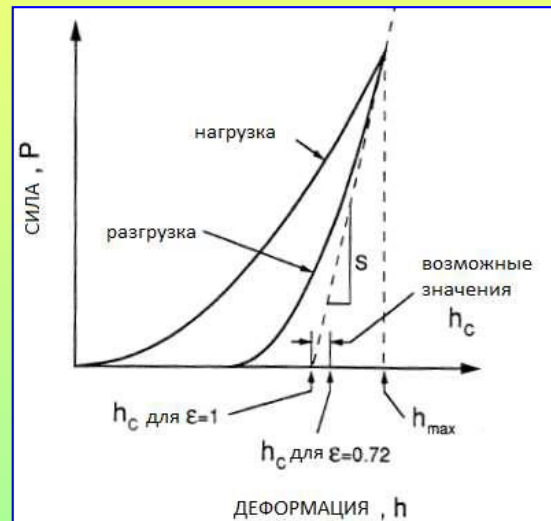
по формуле $HU = P/26,43h^2$ (Н/мм²) (твёрдость по Мартенсу) или как отношение нагрузки к площади проекции невосстановленного отпечатка (твёрдость по Мейеру).

Инструментальное индентирование

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

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

$$H = P/A_c ,$$



Основные трудности при таком подходе заключаются в корректном определении h_c и функции, связывающей h_c и A_c , $A_c = f(h_c)$. За основу многих национальных и международных стандартов для

проведения механических испытаний методом непрерывного вдавливания индентора положен метод Оливера и Фарра (МОиФ). Этот метод позволяет корректно определять в широком диапазоне нагрузок величины H , S , E и другие характеристики материала.

Инструментальное индентирование

При микро- и наноиспытаниях используют чаще всего пирамидальные инденторы. На рисунке показано поперечное сечение процесса индентирования и параметры, которые используются для анализа согласно методики Оливера и Фарра. В каждый момент в процессе нагружения общее внедрение в поверхность h записывается как:

$$h = h_c + h_s \quad (37.1)$$

где h_c - глубина контакта индентора с материалом (далее будем употреблять контактная глубина),

h_s - это деформация поверхности по периметру контакта (прогиб на краю отпечатка).



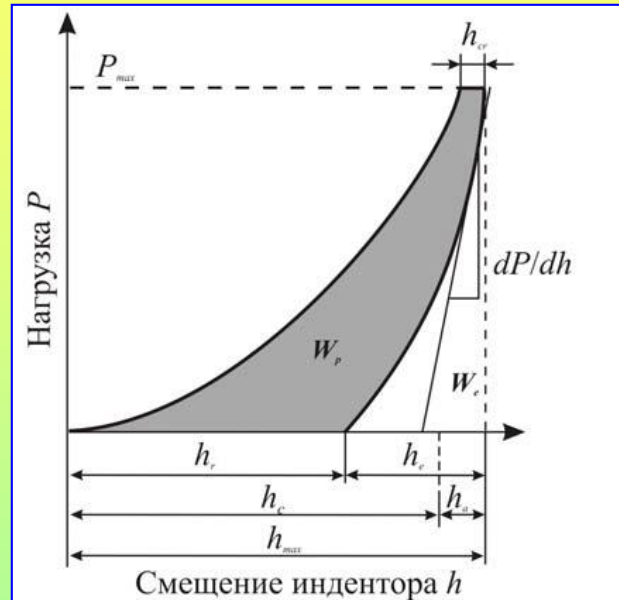
Схематическое изображение поперечного сечения процесса индентирования.

Нагрузка и деформация при максимальной нагрузке P_{max} и h_{max} , соответственно, a - радиус контактного круга. Во время разгрузки поверхность упруго восстанавливается и когда индентор полностью разгружен, глубина восстановленного отпечатка h_f .

Инструментальное индентирование

Величина h_c , необходимая для вычисления твёрдости H , находится в МОиФ из соотношения $h_c = h_{\max} - \varepsilon_c P_{\max}/S$ (37.2), где $S = dP/dh$ – контактная жесткость на начальном участке ветви разгрузки,

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 стандарте ISO 14577 для индентора Берковича принимается $\varepsilon_c = 0,75$. Для больших нагрузок ($P_{\max} \geq 1$ Н) инденторы Берковича и Виккерса можно считать идеальными и принять $A_c = 24,5h_c^2$.

Анализ диаграммы нагружения по методу Оливера–Фарра:

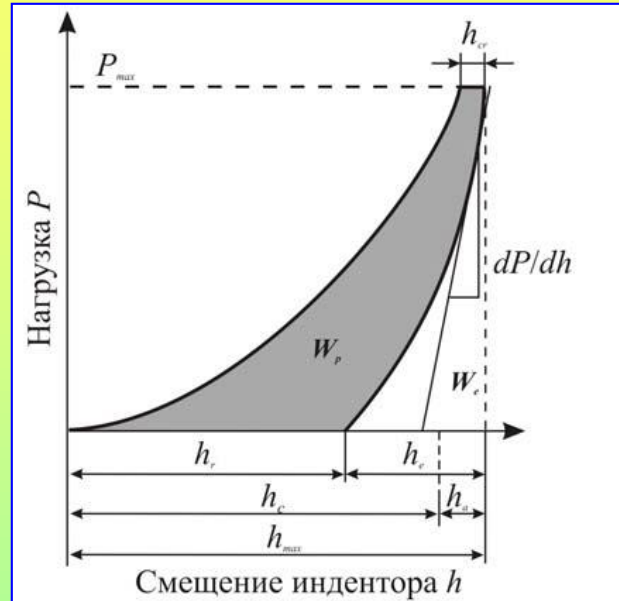
- h_r – глубина остаточного отпечатка; h_e – упругое восстановление;
- h_p – контактная глубина отпечатка при максимальной нагрузке на индентор;
- h_a – упругий прогиб поверхности образца;
- h_{\max} – максимальная глубина отпечатка при максимальной нагрузке P_{\max} ;
- h_{cr} – ползучесть при $P = \text{const}$;
- W_p – работа пластической деформации при формировании отпечатка;
- W_e – работа упругой деформации;
- $dP/dh = S$ – жесткость в контакте индентор-образец

Инструментальное индентирование

Однако при малых нагрузках необходимо учитывать реальную форму вершины индентора. Модуль Юнга E испытываемого материала находится из выражения

$$S = \beta \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A_c}, \quad (37.3)$$

где β лежит в интервале от 1,02 до 1,08 для разных случаев. В отсутствие предварительной информации принимается $\beta = 1,05$.



$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i}, \quad (37.4)$$

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

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

Инструментальное индентирование

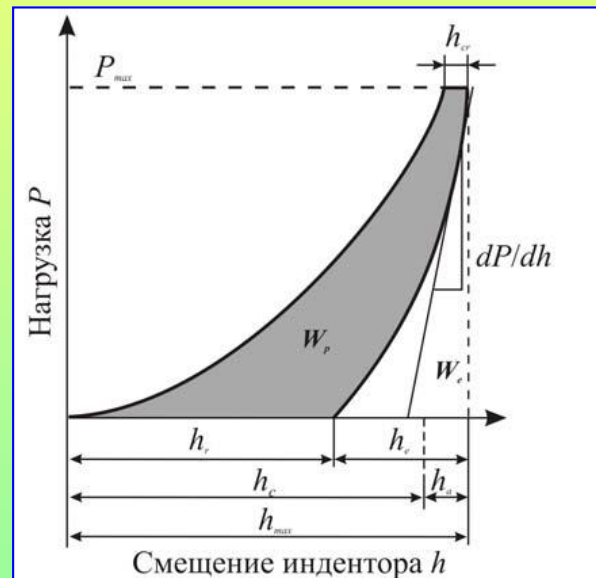
Для того чтобы по методу Оливера и Фарра определить упругий модуль и твердость, достаточно найти из диаграммы нагружения величину жесткости контакта S . Простое графическое дифференцирование разгрузочной ветви $P-h$ диаграммы пригодно для материалов, у которых не менее 75 % разгрузочной кривой можно аппроксимировать линейной зависимостью.

В МОиФ предложено определять величину S по аппроксимирующей степенной функции вида

$$P = k_i(h_{\max} - h_r)^m,$$

(37.5)

k_i и m – материальные константы.



Для подавляющего большинства материалов значение константы m лежит в диапазоне 1,25 – 1,51.

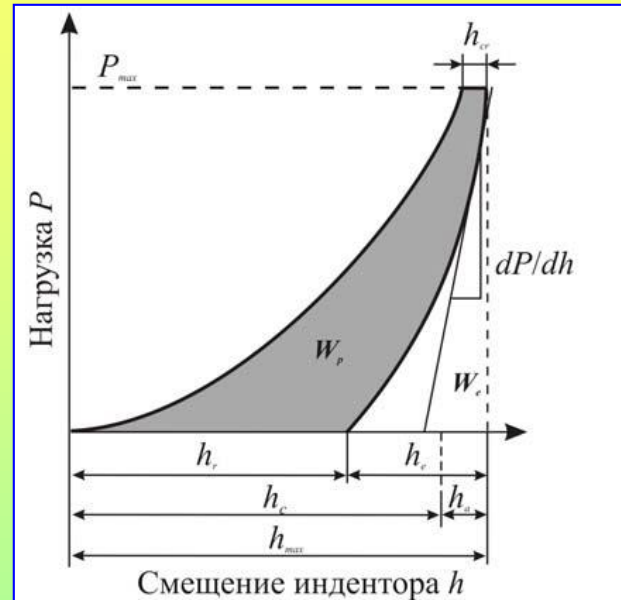
Для каждого из этих материалов константы имеют очень маленькое рассеяние, но заметно отличаются друг от друга.

Инструментальное индентирование

Соотношение

$$\frac{P}{S^2} = \frac{\pi}{(2\beta)^2} \frac{H}{E^2} \quad (37.6)$$

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.



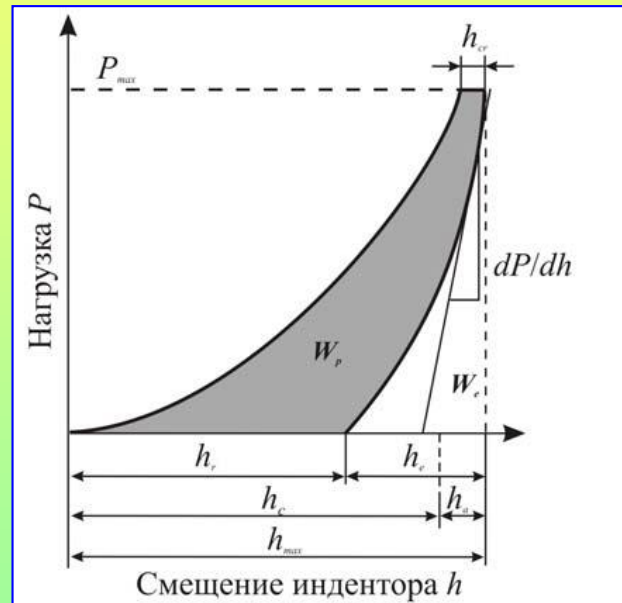
Это бывает необходимо при определении H в тонких пленках на подложке, особенно, когда их модули Юнга близки. Отношение P/S^2 хорошо коррелирует с некоторыми трибологическими характеристиками.

Отличительная черта МОиФ – способ учета реальной геометрии вершины индентора. В наноиндентировании площадь контакта A_c , соответствующая глубине отпечатка h_p , вычисляется из геометрических соображений.

Инструментальное индентирование

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 BK7), а также материалы с высоким значением модуля Юнга (например, сапфир).

Приведенный модуль Юнга E^r для пары материал-индентор в выражении (37.4) должен быть известен, что позволяет определить площадь контакта

$$A_c = \frac{\pi S^2}{4E_r^2}$$

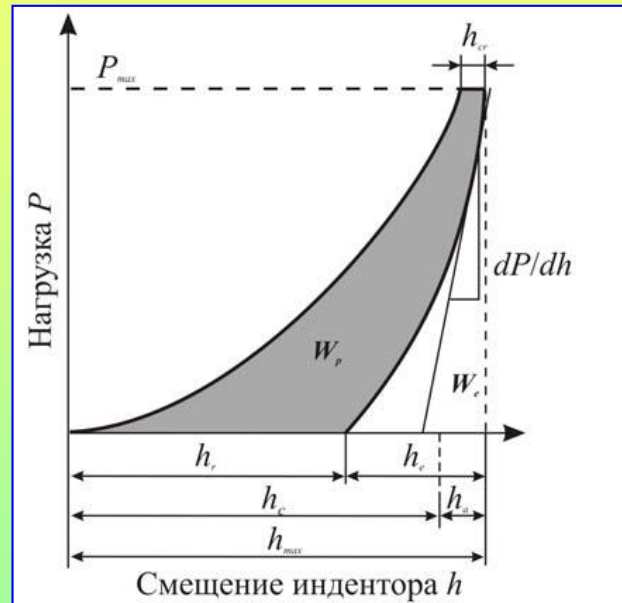
для каждого значения нагрузки.

Инструментальное индентирование

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

$$A_c = C_0 h_c^2 + \sum_{i=1}^n C_i h_c^{1/m}, \quad (37.7)$$

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.

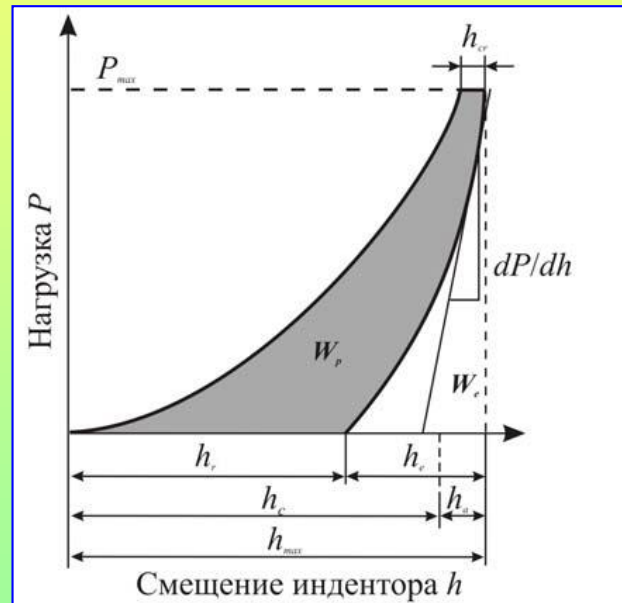
Функцию площади индентора можно найти из прямого независимого измерения геометрии его вершины с помощью электронной или атомно-силовой микроскопии.

Инструментальное индентирование

Прямое измерение эквивалентного радиуса сферического притупления индентора позволяет использовать более простой вид функции площади, содержащий всего три слагаемых:

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.

$$A_c = \frac{\pi h_c^2}{\text{ctg}^2 \varphi_c} + 4\pi R h_c + 4\pi R^2 \text{ctg}^2 \varphi_c, \quad (37.8)$$



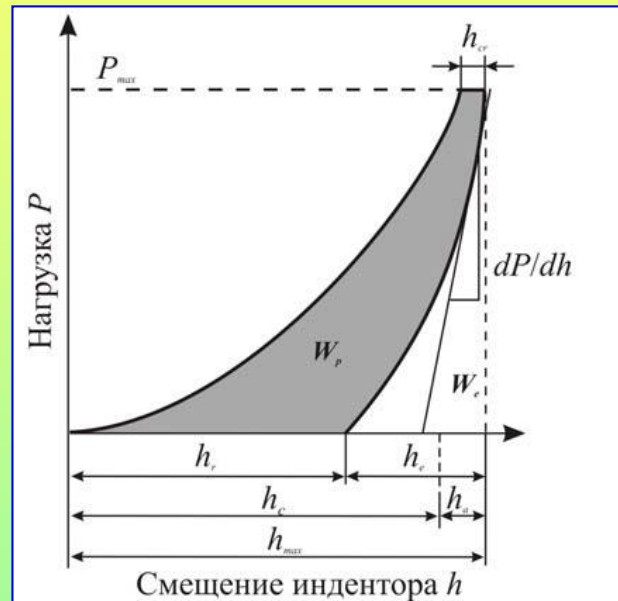
Метод Оливера–Фарра получил широкое распространение, хотя он и не свободен от погрешностей, нарастающих по мере роста пластичности материала.

При расчете H и E по формуле (37.7)) 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.

Инструментальное индентирование

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 МОиФ и его модификации дают приемлемые результаты при испытании жестких материалов. Однако применительно к мягким металлам он дает значительные погрешности.



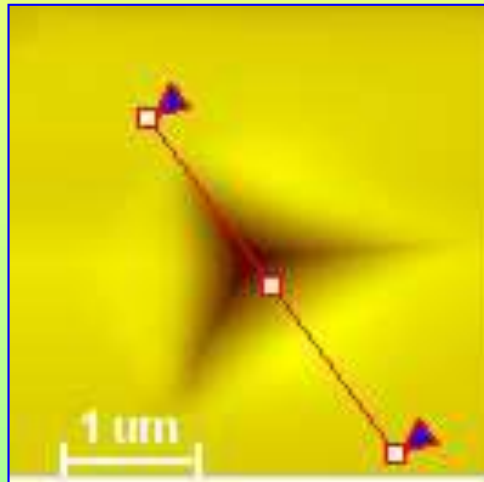
Предложено множество способов его модификации и усовершенствования.

Восьмичленный полином, описывающий форму вершины индентора в МОиФ, без большого ущерба для точности может быть заменен корректно подобранным двучленным, если глубина отпечатка h не слишком мала.

Достоинства и недостатки метода инструментального индентирования

Метод инструментального индентирования обеспечивает наибольшую из всех существующих методов измерения твердости локальность и прецизионность измерений.

Преимуществом метода инструментального индентирования является отсутствие необходимости измерения размеров отпечатка,



что позволяет автоматизировать процесс контроля и набирать большой объем результатов измерений для статистической обработки, тем самым кардинально повышая достоверность измерений.

Существенным отличием метода инструментального индентирования от всех других методов измерения твердости является возможность измерения модуля упругости (Юнга), коэффициента упругого восстановления, ползучести и др.

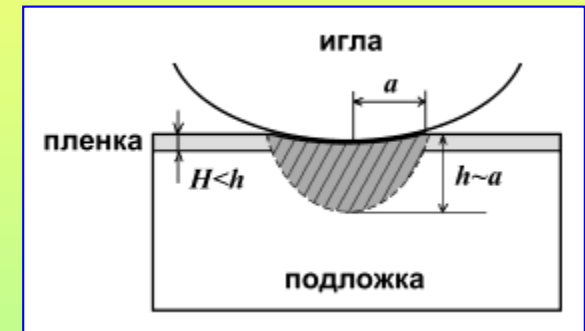
Достоинства и недостатки метода инструментального индентирования

Область, где метод инструментального индентирования имеет кардинальное преимущество перед всеми другими: измерение механических свойств тонких пленок и покрытий.

Необходимо учитывать тот факт, что глубина распространения пластической деформации под индентором приблизительно равна радиусу площади контакта индентора (a).



а
Измерение твердости покрытия без влияния подложки



б
Пример измерения, в основном, свойств подложки.

Поэтому характерный размер площади отпечатка индентора не должен превышать толщины измеряемого покрытия. В противном случае на результат измерений оказывают влияния свойства подложки (б).

Достоинства и недостатки метода инструментального индентирования

Отличие упрочненных и модифицированных слоев от тонких покрытий заключается чаще всего в наличии или отсутствии границы раздела между поверхностным слоем и подложкой.

Покрытия имеют, как правило, иной химический состав и физико-механические свойства, чем материал подложки и,



следовательно, на границе раздела происходит резкое изменение свойств, приводящее зачастую к возникновению напряженных состояний в системе покрытие-подложка.

Недостатком метода инструментального индентирования можно считать высокую чувствительность к различным факторам, влияющим на точность измерений и достоверность получаемых данных. Их можно условно разделить на аппаратные, методические и физические.

Список литературы к лекции 37

1) ИСО 14577-(1-4):2002.

2) W.C. Oliver, G.M. Pharr, An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, J. Mater., 1992, Res. 7, p. 1572.

3) Усеинов С.С., Соловьев В.В., Гоголинский К.В. и др., Особенности применения метода наноиндентирования для измерения твердости на наномасштабе, Нанотехника, №1(13).-2008. -С.111-115.

4) Дуб С. Н. Испытания твердых тел на нанотвердость / С. Н. Дуб, Н. В. Новиков // Сверхтвердые материалы. - 2004. - № 6. - С. 16-33.

5) Федосов С.А., Пешек Л. Определение механических свойств материалов микроиндентированием. Современные зарубежные методики. – М.: МГУ, 2004.

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



Контрольные вопросы

1) Что такое нанотехнологии?

2) Что такое инструментальное индентирование?

3) В чём суть методики Оливера и Фарра?

4) В чём достоинства и недостатки методики инструментального индентирования?

Задания для самостоятельной работы

1. Проанализировать существующие методики оценки нанотвёрдости материалов.
2. Изучить области использования инструментального индентирования.



Кафедра технології металлов и матеріалознавства

Лалазарова Наталиа Алексеевна

E-mail: lalaz1932@gmail.com

г. Харьков, ул. Петровского, 25, ХНАДУ, КАФЕДРА ТМ и М

Tel.(8-057)707-37-92

