

МЕТОДЫ МИКРО- И НАНОИНДЕНТИРОВАНИЯ ДЛЯ ХАРАКТЕРИЗАЦИИ ЛОКАЛЬНЫХ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ТОНКИХ ПРИПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ СЛОЖНЫХ МНОГОФАЗНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Ю.И. Головин¹, А.И. Тюрин¹, С.Д. Викторов², А.Н. Кочанов², А.А. Самодуров¹,
Т.С. Пирожкова¹, И.А. Шуварин¹

¹ Научно-образовательный центр «Нанотехнологии и наноматериалы»
Федеральное государственное образовательное учреждение ВПО
«Тамбовский государственный университет имени Г.Р.Державина»,
Защитный пер., 7, Тамбов, Российская Федерация,
E-mail: tyurin@tsu.tmb.ru

² Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт проблем комплексного освоения недр РАН,
Крюковский тупик, 4, Москва, Российская Федерация,
E-mail: kochanov@mail.ru

METHODS OF MICRO- AND NANOINDENTATION FOR THE CHARACTERIZATION OF LOCAL PHYSICOCHEMICAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF THIN SUBSURFACE LAYERS OF COMPLEX MULTIPHASE MATERIALS

Yu.I. Golovin¹, A.I. Tyurin¹, S.D. Victorov², A.N. Kochanov², A.A. Samodurov¹,
T.S. Pirozhkova¹, I.A. Shuvarin¹

¹ Research-Educational Center “Nanotechnologies and Nanomaterials”, Federal State Educational
Institution of Higher Vocational Education “Tambov State University n.a. G.R. Derzhavin”,
7 Zashchitniy lane, Tambov, 392000 Russian Federation;
e-mail: tyurin@tsu.tmb.ru

² Federal State Budget-Funded Institution of Science “Research Institute of Comprehensive
Exploitation of Mineral Resources” of Russian Academy of Sciences,
4 Kryukovsky blind lane, Moscow, 111020 Russian Federation;
e-mail: kochanov@mail.ru

Рассматриваются результаты применения метода микро- и наноиндентирования для исследования процессов локального деформирования и разрушения тонких приповерхностных слоев сложных многофазных материалов. С помощью этого метода определены числовые значения локальных физико-механических свойств тонких приповерхностных слоев образцов горных пород. Показано влияние масштабного фактора на значения твердости и модуля Юнга и выявлены немонотонные зависимости твердости отдельных минеральных компонентов образцов горных пород в микро- и наномасштабе. Проведен активационный анализ и определены активационные и энергетические параметры процесса формирования отпечатка и предложены доминирующие микромеханизмы массопереноса на разных стадиях формирования отпечатка для каждой из выявленных фаз всех исследованных материалов.

The results of the application of micro- and nanoindentation method for studying processes of local deformation and fracture of thin near-surface layers of complex multiphase materials are considered. The numerical values of local physical and mechanical properties of thin near-surface layers of rock samples have been determined via this method. The effect of the scale factor on values of hardness and Young's modulus has been shown and the nonmonotonic hardness dependences of separate mineral components of rock samples in micro- and nanoscales have been revealed. The activation analysis has been carried out and the activation and energy parameters of indentation forming process have been determined. The essential micromechanisms of mass transfer at various stages of

indentation forming for each of the revealed phases of all the investigated materials have been offered.

Современные технологии требуют использования самых различных классов и типов материалов от традиционных до вновь разрабатываемых, от монокристаллических, до поликристаллических, наноструктурированных и аморфных, включая сложные многофазные материалы и сплавы. При их применении и использовании необходимо учитывать, что физико-механические свойства традиционных и особенно новых, наноструктурированных материалов в субмикронных и нано- объемах, тонких пленках и приповерхностных слоях могут сильно отличаться от макроскопических, приводимых в инженерных справочниках. Такое различие принято квалифицировать как размерные эффекты (SE) [1-3]. В качестве характерного размера, определяющего границу перехода между макроскопическими и наноразмерными свойствами, могут выступать внешние размеры образца, характерные размеры микроструктуры (размеры фаз, зерен, дислокационных скоплений, двойников, пор, толщина слоев/пленок), радиус контактного пятна при локальном деформировании и др. [1–2]. С точки зрения чувствительности нано- и микромеханических свойств к размеру зоны деформирования все материалы можно условно разделить на два класса – имеющие SE и размерно - независимые вплоть до единиц – десятков nm [1-4].

Известно, что материалы, демонстрирующие яркие SE в физико-механических свойствах, деформируются, главным образом, посредством зарождения и движения дислокаций, двойников, границ зерен и других многоатомных объектов [1]. Что касается материалов, имеющих размерно-независимые механические свойства, несмотря на достаточно широкое их практическое применение, в литературе практически не обсуждаются вопросы, связанные с причинами отсутствия в них SE.

Еще больше вопросов возникает при характеристике физико-механических свойств сложных многофазных материалов, поскольку их свойства определяются как свойствами отдельных фаз, так и межфазных границ их раздела. При этом на первый план выступает задача исследования локальных физико-механических свойств (упругих, пластических и прочностных) отдельных фаз и межфазных границ, а также механизмов их деформирования и разрушения в условиях действия высоких локальных напряжений.

Вследствие существования SE в нанобласти механическое поведение твердых тел в ней не может быть оценено простой экстраполяцией известных зависимостей из макро- или микрообластей. Это сделало актуальной разработку адекватных средств исследования и характеристики физико-механических свойств материалов в наношкале. Безусловный лидер такого рода испытаний – наноиндентирование (NI) [1–11], под которым подразумевается совокупность методов механических испытаний, позволяющих определять не только твердость, но и еще несколько десятков механических и функциональных характеристик материалов в наношкале (упругих, пластических, прочностных и других). NI реализуется приложением микронагрузки к специально аттестованному зонду и прецизионным измерением деформации материала с разрешением порядка 1 нм. Такой метод пригоден для решения разнообразных инженерных задач и выяснения фундаментальных закономерностей механического поведения нанометровых приповерхностных слоев и субмикронных объемов различных материалов – от мягких биологических до сверхтвердых алмазоподобных. Учитывая характер поведения материалов при локальном нагружении, обычно выделяют несколько основных групп задач, которые можно решать методами NI:

- характеристика механических свойств материалов в наношкале и установление границ резкого изменения механических свойств по мере уменьшения размеров объекта или области локального нагружения; изучение закономерностей механического поведения различных материалов в нанобласти;

- выявление природы наномеханических размерных эффектов, атомных механизмов пластического деформирования и разрушения; разработка методов локальных испытаний, замещающих материал- и трудоемкие стандартные методы одноосных макроиспытаний на одноразовых образцах многократными неразрушающими на одном образце (область нагрузок, где механические свойства можно считать размерно независимыми);

- моделирование и изучение трибомеханических процессов в наношкале (сухое трение, абразивный и эрозионный износ, тонкий помол, механоактивация поверхности) с целью установления их механизмов на атомарном и нано- уровнях и последующего использования полученных данных для целенаправленного управления этими процессами.

Одна из привлекательных особенностей НИ – возможность получения разнообразных количественных характеристик материала. Примерно для половины этих характеристик существуют ясные общепринятые определения, стандарты, алгоритмы и программы выполнения. Таковыми можно считать: модуль Юнга - E , твердость - H , вязкость разрушения - K_c и еще около двух десятков различных характеристик. Таким образом НИ, при применении различных методов и условий испытаний, может решать достаточно широкий спектр задач связанных с определением большого числа физико-механических характеристик материала в микро- и наномасштабе, а также помочь ответить на вопросы механизмов деформирования и разрушения при действии высоких локальных напряжений для широкого класса материалов, включая сложные многофазные материалы из отдельные фазы и межфазные границы.

Цель работы заключалась в оценке структурных и физико-механических свойств (упругих, пластических и прочностных) отдельных фаз и межфазных границ сложных многофазных материалов, исследовании влияния на них размерных эффектов, а также выявлении механизмов их деформирования и разрушения в условиях действия высоких локальных напряжений.

Исследования проводили методами микро- и наноиндентирования на твердомерах Duramin A300 фирмы Struers (Дания), комбинированном динамическом нано-и микроиндентометре (DNT-3M) собственной разработки коллектива НОЦ «Нанотехнологии и наноматериалы» ТГУ имени Г.Р. Державина и трибонаноиндентометре Ti-950 фирмы Hysitron (США) с использованием трехгранного алмазного индентора Берковича. Величина прикладываемой нагрузки - P и глубины отпечатка - h (от варьировались в широком диапазоне значений (от 1 мкН до 500 мН и от 20 нм до нескольких μm). Значения H и E определяли по методике Оливера-Фара [4] из характерных $P(h)$ диаграмм.

В качестве примера, для исследования физико-механических свойств в микро- и наномасштабе сложных многофазных материалов методами микро- и наноиндентирования, были выбраны образцы ряда горных пород (железистые кварциты, гранит, мрамор, змеевик, антрацит и песчаник).

Для всех отдельных фаз исследованных образцов были определены физико-механические свойства (твердость, модуль Юнга и вязкость разрушения) в микро- и наномасштабе. Исследовано влияние на них размерных эффектов. Зависимости H и E от h_c для ряда исследованных материалов показаны на рис. 1. Для каждой из выявленных фаз и включений в исследованных образцах определены числовые значения E , H , K_c , коэффициента пластичности, параметра описывающего сопротивление пластической деформации и др.

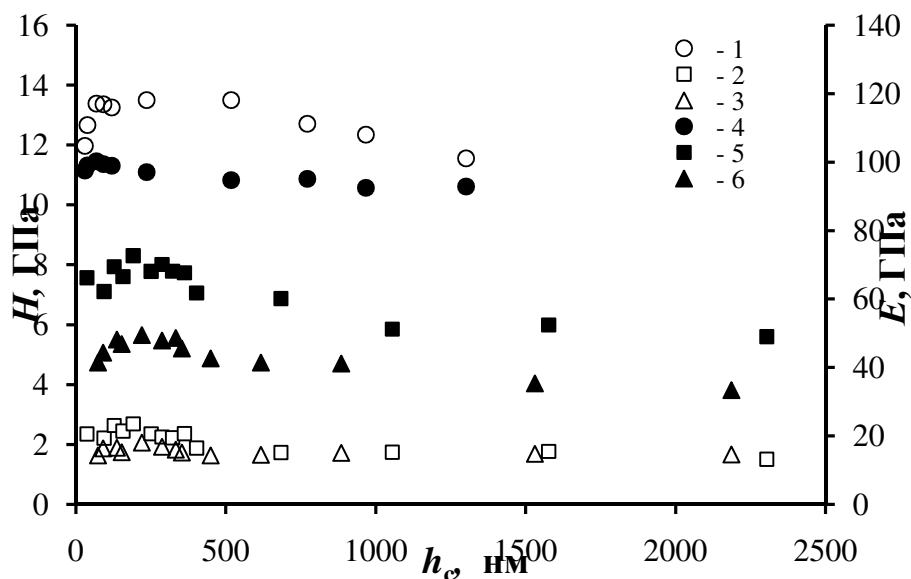


Рис. 1 - Зависимости твердости H и модуля Юнга E от глубины отпечатка h_c для ряда исследованных материалов: Песчаник $H=f(h_c)$ - 1, $E=f(h_c)$ - 4; Мрамор $H=f(h_c)$ - 2, $E=f(h_c)$ - 5; Змеевик $H=f(h_c)$ - 3, $E=f(h_c)$ - 6

Можно отметить, что числовые значения K_c зависят от вида исследованного материала, типа фазы и границы срастания. Так, например, исследования величины K_c для железистых кварцитов показывают на довольно низкую вязкость разрушения границ срастания кварц-магнетит и кварц-гематит (K_c соответственно 0.68 и 0.38 МПа·м^{1/2}). Полученные значения

примерно 2-3 раза меньше, чем у отдельных фаз или границ срастания магнетит-гематит. Сравнение трещиностойкости отдельных минеральных компонентов исследованных образцов показывает, что наибольшую величину K_c имеет в железистых кварцитах гематит, а наименьшую – антрацит. Наиболее прочными границами являются границы срастания минеральных компонентов железистых кварцитов, а наименьшими – границы срастания в антраците.

Для всех исследованных материалов и отдельных фаз проведен активационный анализ и определены активационный объем и удельная энергия, рассеиваемая в материале при формировании отпечатка в процессе локального деформирования. Это позволило выявить номенклатуру структурных дефектов и доминирующие микромеханизмы массопереноса, определяющих процесс локального деформирования и формирования отпечатка как самого материала, так и его отдельных фаз и включений. Кроме того это позволило объяснить природу размерных эффектов в твердости ряда материалов сменой доминирующих микромеханизмов пластичности на разных этапах формирования отпечатка.

Таким образом, в работе исследованы структурные и физико-механические свойства (упругих, пластических и прочностных) отдельных фаз и межфазных границ сложных многофазных материалов, исследовании влияния на них размерных эффектов, проведен активационный анализ и определены активационные и энергетические параметры процесса формирования отпечатка, а также выявлена номенклатура структурных дефектов и предложены доминирующие микромеханизмы массопереноса на разных стадиях формирования отпечатка для каждой из выявленных фаз всех исследованных материалов.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (проект 14-05-00446-а). Исследование процессов трещинообразования и разрушения при индентировании выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект № 15-19-00181).

Список использованных источников:

1. Головин Ю. И. Наноиндентирование и его возможности. М.: Машиностроение. 2009.
2. Bhushan B. Springer Handbook of Nanotechnology. Berlin: Springer. 2010.
3. Fischer-Cripps A. C. Nanoindentation. New York: Springer. 2011.
4. Oliver W.C., Pharr G.M. // J. Mater. Res. 2004. V. 19. N 1. P. 3.
5. Головин Ю.И., Викторов С.Д., Тюрин А.И., Кочанов А.Н., Шуклинов А.В., Пирожкова Т.С., Шуварин И.А. // Известия РАН. Серия физическая. 2016. Т. 80. № 5. С. 573.
6. Головин Ю.И., Иунин Ю.Л., Тюрин А.И. // Доклады Академии наук. 2003. Т. 392. № 3. С. 336.
7. Акчурин М.Ш., Гайнутдинов Р.В., Гарибин Е.А., Головин Ю.И., Демиденко А.А., Дукельский К.В., Кузнецов С.В., Миронов И.А., Осико В.В., Смирнов А.Н., Табачкова Н.Ю., Тюрин А.И., Федоров П.П., Шиндяпин В.В. // Перспективные материалы. 2010. № 5. С. 5
8. Головин Ю.И., Тюрин А.И., Хлебников В.В. // Журнал технической физики. 2005. Т. 75. № 4. С. 91.
9. Викторов С.Д., Головин Ю.И., Кочанов А.Н., Тюрин А.И., Шуклинов А.В., Шуварин И.А., Пирожкова Т.С. // ФТПРПИ. 2014. № 4. С. 46.
10. Surmeneva M.A., Surmenev R.A., Mukhametkaliyev T.M., Oehr C., Tyurin A.I., Pirozhkova T.S., Shuvarin I.A., Teresov A.D., Koval N.N. // Thin Solid Films. 2014. V. 571. № 1. P. 218-224.
11. Ivanova A. A., Surmeneva M.A., Tyurin A.I., Pirozhkova T.S., Shuvarin I.A., Prymak O., Epple M., Chaikind M.V., Surmenev R.A. // Applied Surface Science. 2016. V. 360. P. 929.