

Метод динамического инструментального индентирования в применении к испытанию материалов с различными механическими свойствами

Е.В. Гладких^{1,2}, К.С. Кравчук¹, И.И. Масленников¹, М.Д. Бутюто^{1,3}

¹Федеральное государственное научное учреждение «Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов»

²Московский физико-технический институт (государственный университет)

³Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»

Знание механических свойств материалов является определяющим фактором при конструировании деталей и механизмов. Наиболее широко распространенными характеристиками, с помощью которых описываются свойства материалов, являются твердость и модуль упругости. Измерение этих величин может быть проведено с использованием различных методик, в том числе инструментального индентирования (ИИ), или наноиндентирования [1]. Родственным ИИ является разработанный в недавнем прошлом метод динамического механического анализа, или метод непрерывного измерения жесткости [2]. Этот вид испытаний представляет собой процесс непрерывного вдавливания твердого наконечника известной формы в материал, в ходе которого дополнительно к поступательному движению совершаются колебания. Фактически в таком режиме происходит множество циклов нагрузки-разгрузки, в каждом из которых вычисляются значения твердости и контактной жесткости (по ней определяется модуль упругости). Таким образом, с помощью метода динамического анализа можно определить твердость и модуль упругости почти в каждой точке углубления индентора, т.е. получить практически непрерывные зависимости механических характеристик от глубины.

Метод динамического анализа механических свойств имеет свои границы применимости, связанные с тем, что амплитуда колебаний индентора должна значительно (более чем на порядок) превышать уровень шумов, возникающих в канале измерений. С другой стороны, амплитуда колебаний индентора не может превышать глубину внедрения индентора, иначе будет наблюдаться полуконтактный режим (т.е. индентор будет периодически отрываться от поверхности материала). Таким образом, метод работает корректно при достаточно больших величинах углубления зонда в материал [3].

Целью данной работы была адаптация методики расчета твердости и модуля упругости, применяемого в методе динамического механического анализа, к измерению свойств полимерных покрытий. Разработанный алгоритм позволил определять механические характеристики образца из регистрируемых сигналов амплитуды и фазы смещения, используя резонансные характеристики используемого прибора, с большей точностью. Испытания проводились на нанотвердомере «НаноСкан-4D». Частота, на которой возбуждались колебания в динамическом режиме, равнялась 20 Гц. При этом типичная амплитуда колебаний составила порядка нескольких нанометров. Максимальная нагрузка составила 1 Н.

Образцы, исследованные в данной работе, представляли собой изделия с подложками из стекла или пластика и нанесенными покрытиями из поли-N-изопропилакриламида (pNIPAm) толщиной 100 нм или 4 мкм. Механические характеристики этого полимера с помощью инструментального индентирования были исследованы в работе [4]. На рисунке 1 приведены результаты измерения твердости и модуля упругости в зависимости от глубины погружения индентора для образцов со стеклянными подложками. Рисунок 2 иллюстрирует данные, полученные на образцах с подложкой из пластика. На всех рисунках цифрами 1 отмечены данные, соответствующие образцам с покрытием толщиной 100 нм, цифрами 2 – 4 мкм. Различие зависимостей твердости и модуля упругости для разных образцов вызвано тем, что на измеренные значения влияет подложка. По данным, полученным на образцах с более толстым покрытием, можно определить характеристики покрытия, а с более тонким – подложки. Поскольку твердость и модуль упругости подложки из стекла имеют большие значения, чем соответствующие величины покрытия, то наблюдается рост зависимостей. В случае подложки из пластика наблюдается обратная картина.

В ходе данной работы было выяснено, что при испытаниях свойств материалов методом динамического анализа скорость подвода к поверхности не должна превышать одной десятой от величины колебательной скорости движения индентора. Соблюдение этого условия позволило

снизить ошибку в определении модуля потерь, связанную с величиной скорости подвода, до одного процента от величины модуля упругости. При использовании прибора со значением среднеквадратичного уровня шума 0,2 нм с амплитудой колебаний 2 нм и частотой 20 Гц (меньшей резонансной частоты равной 78 Гц) можно минимизировать начальный участок завышенных значений твердости и модуля упругости до 20 нм.

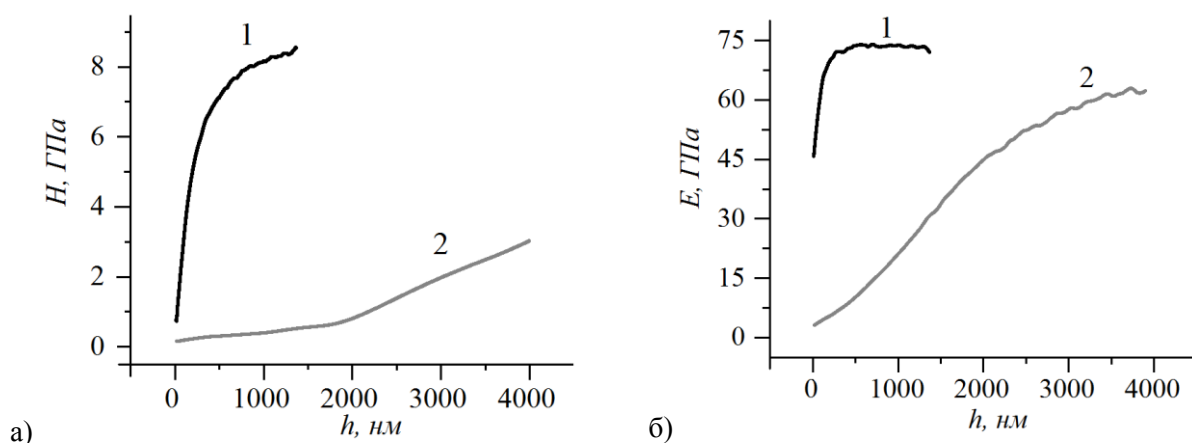


Рис. 1. Зависимость твёрдости (а) и модуля упругости (б) образцов с подложкой из стекла от глубины. Цифрой 1 указаны характеристики образца с пленкой толщиной 100 нм, 2 обозначает результаты, полученные на образцах с толщиной пленки 4 мкм.

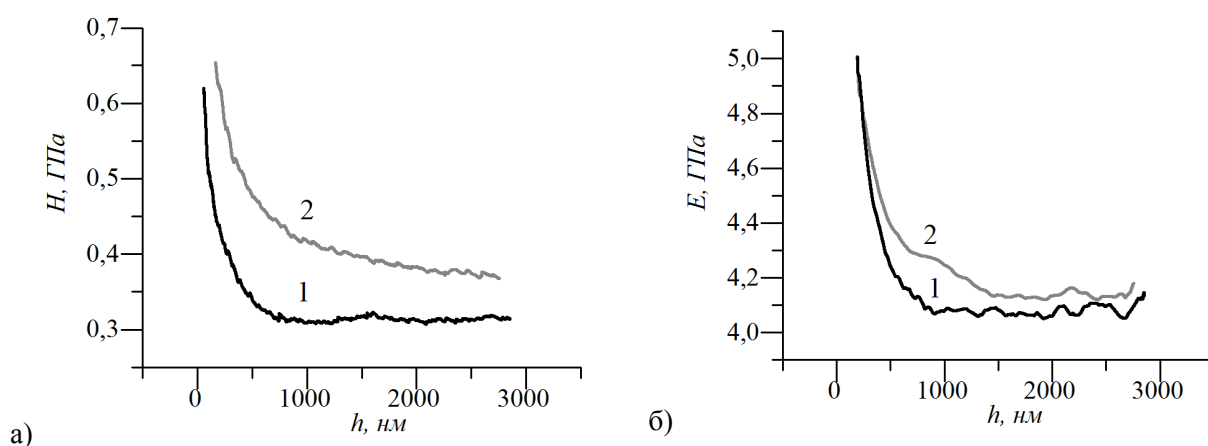


Рис. 2. Зависимость твёрдости (а) и модуля упругости (б) образцов с подложкой из пластика от глубины. Цифрой 1 указаны характеристики образца с пленкой толщиной 100 нм, 2 обозначает результаты, полученные на образцах с толщиной пленки 4 мкм.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации в рамках проекта №3559 госзадания ФГБНУ ТИСНУМ.

Литература

1. *Oliver W.C., Pharr G.M.* An Improved Technique for Determining Hardness and Elastic-Modulus Using Load and Displacement Sensing Indentation Experiments // *J. Mater. Res.* 1992. Vol. 7, № 6. P. 1564–1583.
2. *Fischer-Cripps, A. C.* Nanoindentation. New York: Springer, 2011.
3. *Маслеников И. и др.* Построение объемных карт механических свойств в режиме динамического механического анализа // *Наноиндустрия.* 2016. Vol. 64, № 2. P. 36.
4. *Fan X., Kravchuk K., Nash M., Naumenko Y., Reshetov V. Rochev.Y.* Nanohardness Research of Ultrathin Thermoresponsive Coatings // *Medimond International Proceedings*, 2012. P. 115.