

УДК 620.178.156

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРИПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ МАТЕРИАЛОВ И ТОНКИХ ПЛЕНОК МЕТОДОМ НАНОИНДЕНТИРОВАНИЯ

Светлана Романовна Орлова

Студент 6 курса,

кафедра «Метрология и взаимозаменяемость»

Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана

Научный руководитель: А.С. Комишин

кандидат технических наук, доцент кафедры «Метрология и взаимозаменяемость»

Непрерывное уменьшение размеров компонентов области электроники, приборостроения и других отраслей промышленности, а также разработка и активное внедрение различных износостойких упрочняющих покрытий сделало необходимым разработку новых методов для определения физико-механических свойств материалов. Одним из таких методов является метод наноиндентирования, который позволяет решать целый спектр задач: определение твердости, модуля Юнга, исследование анизотропии механических свойств, исследование трещиностойкости и многие другие. Под инструментальным индентированием, согласно ГОСТ Р 8.748-2011, понимается процесс, управляемый специальной испытательной установкой, при котором происходит непрерывное внедрение наконечника с известной геометрией в испытуемый образец под действием плавно возрастающей нагрузки с последующим ее снятием и регистрацией зависимости перемещения наконечника от нагрузки. Такая установка получила название «наноиндентор» или «нанотвердомер». Нанотвердометрия отличается от более привычных макро- и микро- в основном характерными размерами области испытаний и носит достаточно условный характер, и разделение между диапазонами происходит таким образом: $2\text{Н} \leq F \leq 30\text{кН}$ – макродиапазон, $2\text{Н} > F$, $h > 0,2\text{ мкм}$ – микродиапазон, $h \leq 0,2\text{ мкм}$ – нанодиапазон, где P – сила вдавливания, h – глубина индентирования.

Активное развитие наноиндентирования сделало возможным уменьшение размеров исследуемой области до единиц нанометров, однако, сложное напряженно-деформированное состояние под индентором, которое сильно зависит от геометрии наконечника, сделало задачу извлечения количественных характеристик объекта весьма нетривиальной. В различных размерных диапазонах потребовались разные подходы к интерпретации первичных данных, и задача построения обобщенной теории твердости через все масштабные уровни до сих пор далека от разрешения.[1]

Наноиндентирование можно назвать универсальным методом исследования механических свойств материалов, но, безусловно, данный метод не лишен недостатков и сложностей: на результаты измерений влияет огромное количество факторов, и источником неопределенности может быть не только измерительная техника, но и методика расчетов или сам образец. При этом к последнему предъявляются достаточно жесткие требования: например, шероховатость поверхности не должна превышать 5-10% от глубины индентирования[2], для тонких пленок необходимо исключить влияние подложки, для этого глубина индентирования не должна превышать 10% от толщины образца[2], хотя ряд исследователей и полагают, что такие ограничения физически не обоснованы [3], из вышеперечисленного можно сделать вывод, что далеко не все образцы в реальном производстве можно с легкостью исследовать наноиндентированием. А поскольку найти альтернативу данному методу в пределах наноразмерной шкалы весьма сложно, необходимо искать пути для реализации метода в условиях производства.

В данной работе приводятся результаты исследования ряда материалов и покрытий при помощи метода наноиндентирования. Исследования проводились на наноинденторе Hysitron TI

750Ubi. На рисунках 1 и 2 представлены F-h диаграммы кварца, причем на рисунке 1 – представлена F-h диаграмма плавленного кварца, имеющего толщину 3 мм, а на рисунке 2 представлена F-h диаграмма кварцевой пластины, толщина которой не превышает 0,1 мм.

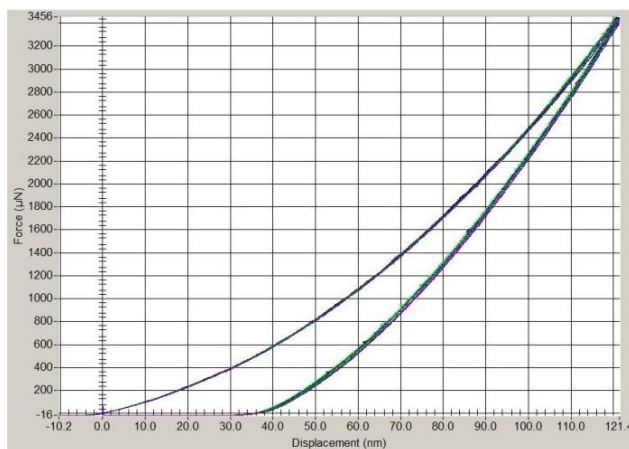


Рис. 1 – F-h диаграмма плавленного кварца толщиной 3 мм

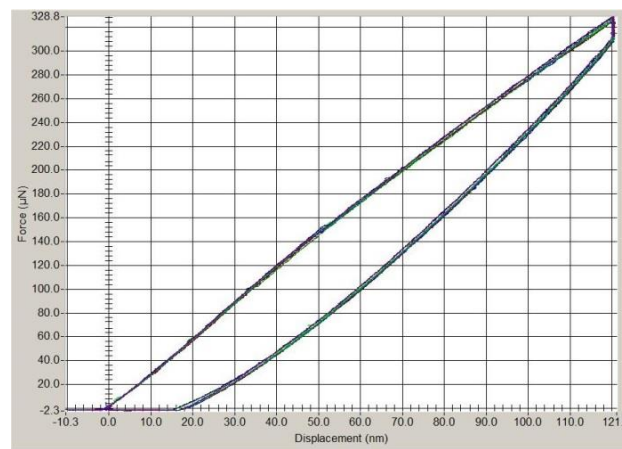


Рис. 2 – F-h диаграмма кварцевой пластины толщиной 0,1 мм

Не смотря на то, что материалы образцов можно назвать идентичными, диаграммы сильно отличаются по внешнему виду и, как следствие, различаются и количественные значения механических свойств. Диаграмма на рисунке 2 имеет нехарактерный для кварца вид: при удержании глубины индентирования, которая в обоих случаях составляла 120 нм, прикладываемая сила уменьшается, что говорит о релаксации материала, которая несвойственна кварцу. Такое искажение диаграммы свидетельствует о наличии влияющих факторов, которые вносят погрешность в результаты измерений. При многократном повторении эксперимента, диаграммы примерно в половине случаев имели вид, схожий с рисунком 2. При этом многократные исследования образца с толщиной 5 мм показали, что вид диаграммы остается идентичным. Оба образца крепились к подложке стандартным образом: при помощи цианоакрилата. Такой метод фиксирования образцов рекомендован производителями оборудования и предполагается, что он подходит для всех видов образцов. Но при затвердевании цианоакрилата на его поверхности могут образовываться пустоты незначительных размеров, и материал при индентировании над такими пустотами будет несколько прогибаться. В случае с кварцевой пластиной, толщина которой не превышает 0,1 мм погрешность, вносимая таким локальным прогибом в результаты измерений, оказалась значительной. Решением такой проблемы стало совместное применение микроскопических методов исследования поверхности с целью выявления областей, в которых цианоакрилат имеет неравномерную структуру и метода наноиндентирования.

В докладе, помимо исследования кварца, будут приведены примеры сложностей, возникающих при исследовании упрочняющих покрытий методом наноиндентирования, а также предложены подходы по их разрешению.

Литература

1. Головин Ю.И. Наноиндентирование и его возможности. М.: Машиностроение, 2009. 312 с.
2. Fisher-Cripps A.C. Nanoindentation. NY.: Springer, 2002. 198 p.
3. J.L. Hay, M.E. O'Hern, and W.C. Oliver, "The importance of contact radius for substrate-independent property measurement of thin films," Mat. Res. Soc. Symp. Proc. 522, 1998, pp.27–32.

4. ГОСТ Р 8.748 – 2011 Металлы и сплавы. Измерение твердости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании, Москва, Стандартинформ, 2013.