

## НАНОИНДЕНТИРОВАНИЕ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ МАТЕРИАЛОВ

*В.А. Белоус, В.С. Павлов, Г.Н. Толмачева*

*Национальный научный центр “Харьковский физико-технический институт”,  
Харьков, Украина*

С помощью наноиндентора G200 исследована нанотвердость в приповерхностных слоях циркония, меди и хрома. Показано, что устойчивые значения твердости можно получить, только начиная с глубин порядка 500 нм в зависимости от состояния поверхности исследуемого образца.

Особенность наноиндентирования на современных приборах для измерения твердости заключается в том, что силовое воздействие и глубина внедрения индентора измеряются непрерывно. Такие данные содержат дополнительную информацию о приповерхностных свойствах структур материалов, покрытий и тонких пленок в микро- и нанодиапазонах [1, 2, 3]. Однако априори понятно, что на эти измерения существенную роль будет оказывать состояние поверхности, в частности шероховатость этих материалов. С целью исследования возможностей метода наноиндентирования для анализа процессов, протекающих в приповерхностных слоях (ионное легирование, азотирование, оплавление поверхности и т.д.) различных материалов, и проведена настоящая работа.

Источником информации о материале при наноиндентировании является непрерывно регистрируемая зависимость величины смещения индентора  $h$  от величины приложенной нормальной нагрузки  $P$  (рис. 1). Получаемая в результате индентирования диаграмма нагружения (или  $P$ - $h$ -диаграмма) состоит из нагрузочной и разгрузочной ветвей. Кривая нагружения характеризует сопротивление материала внедрению жесткого индентора и отражает как упругие, так и пластические свойства исследуемого материала. Разгрузочная кривая определяется главным образом упругим восстановлением отпечатка индентора. Анализ таких  $P$ - $h$ -диаграмм в рамках соответствующих моделей дает возможность получить всю необходимую информацию о механических свойствах материала под индентором [4]. Более подробную информацию о диаграммах внедрения индентора, определении нанотвердости и модуля Юнга можно ознакомиться в работах [5-8].

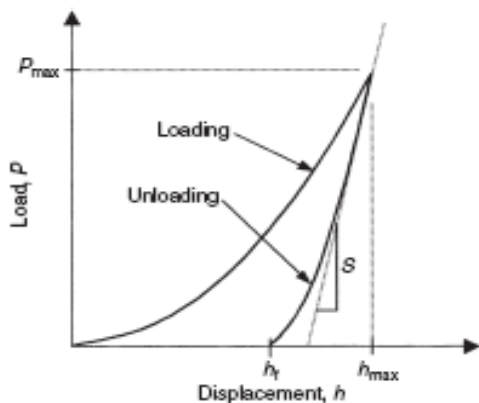


Рис. 1. Вид кривой непрерывного индентирования

Эксперименты проводились на нанотвердомере Nano Indenter G200 (MTS Systems, США) трехгранной алмазной пирамидкой Берковича на образцах, отличающихся не только шероховатостью, но и способом обработки их поверхности. Оптические снимки поверхности исследуемых образцов приведены на рис. 2.

Скорость приближения к поверхности и максимальная нагрузка на образец не менялись и составляли соответственно 10 нм/с и 10 г.

Перед испытаниями проводилась калибровка на плавленном кварце.

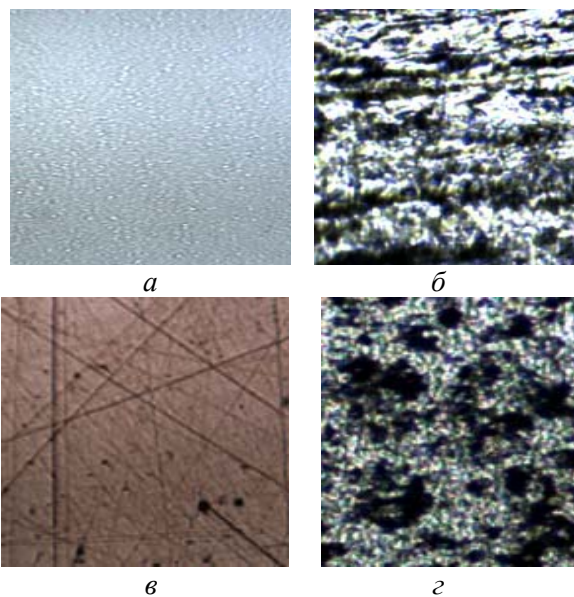


Рис. 2. Вид поверхности,  $\times 250$ :

*а - сплава Э110 после механической полировки;  
б - Zr после зонной плавки; в - меди после полировки;  
г - конденсата хрома*

На рис. 3-6 приведена получаемая зависимость твердости материалов от глубины проникновения индентора в материал. Кривая 1 на рис. 5 соответствует индентированию в одной точке поверхности, кривая 2 - внедрению индентора в другой точке поверхности того же образца. Как видно из графика, в начальный период внедрения индентора в поверхность наблюдаются как аномально высокие значения твердости, так и аномально низкие. При последующем внедрении индентора в материал наблюдается сходимость кривых 1 и 2 к одному значению. Глубина, на которой сойдутся значения твердости, зависит от состояния поверхности (чем уровень ше-

роховатости ниже, тем на меньшей глубине сойдутся величины твердости) и от однородности материала и их повторяемости в тестируемых точках. Следует отметить, что чаще наблюдается зависимость 1, а зависимость 2 при измерениях может вообще отсутствовать. Такое поведение твердости с глубиной проникновения в материал можно понять, если представить, что поверхность материала представляет собой чередование выступов и впадин, образующихся при механической и, в меньшей степени, химической и электрохимической обработках поверхности. Поверхность пленки, получаемой методом конденсации из паровой фазы, состоит из пирамидальных образований различной высоты и углублений между ними, обусловленных закономерностями роста конденсата.

Модель поверхности изображена условно на рис. 7. При индентировании идеально ровной поверхности (см. рис. 7,а) при прикосновении индентора к ней начинается отсчет глубины проникновения индентора и увеличивается нагрузка на индентор. Глубина проникновения индентора растет в зависимости от твердости испытываемого материала.

При попадании индентора на вершину пирамидального образования (или выступ) индентор проникает на большую глубину по сравнению с ровным участком при одной и той же нагрузке, так как сопротивление его вдавлению будет меньше (см. рис. 7, б). В результате на диаграмме «твердость-глубина проникновения» получим меньшее значение твердости по сравнению с ровным участком.

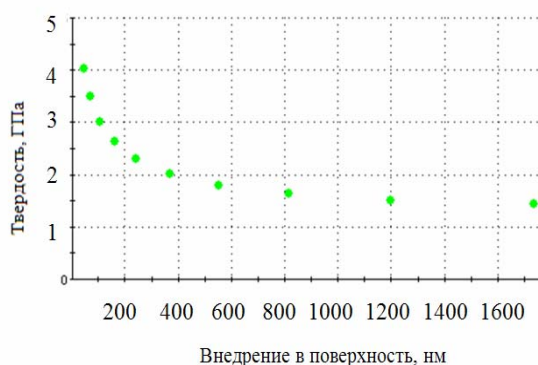


Рис. 3. Зависимость твердости сплава Zr10 от глубины индентирования

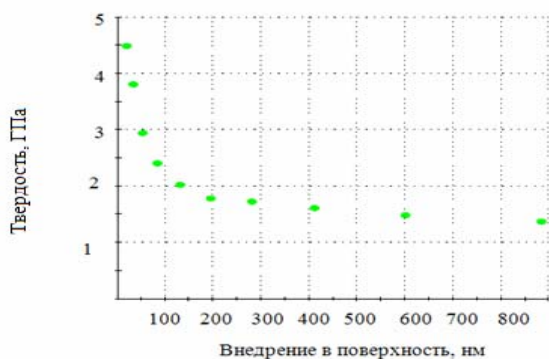


Рис. 4. Зависимость твердости Zr от глубины индентирования

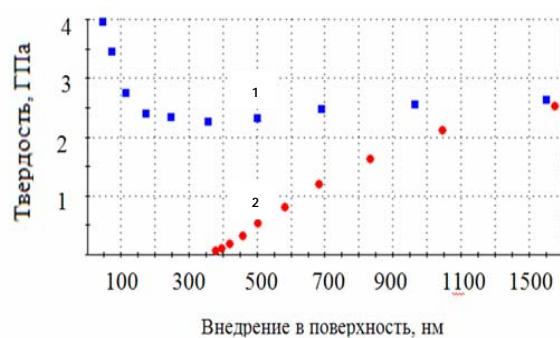


Рис. 5. Зависимость твердости конденсата хрома от глубины индентирования

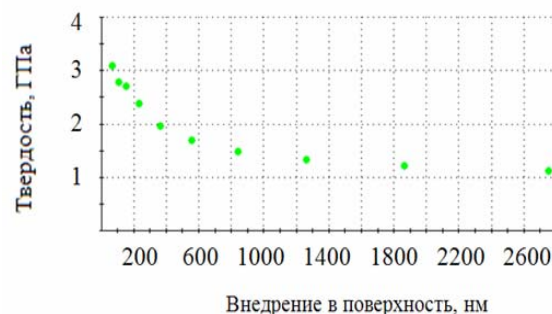


Рис. 6. Зависимость твердости Si от глубины индентирования

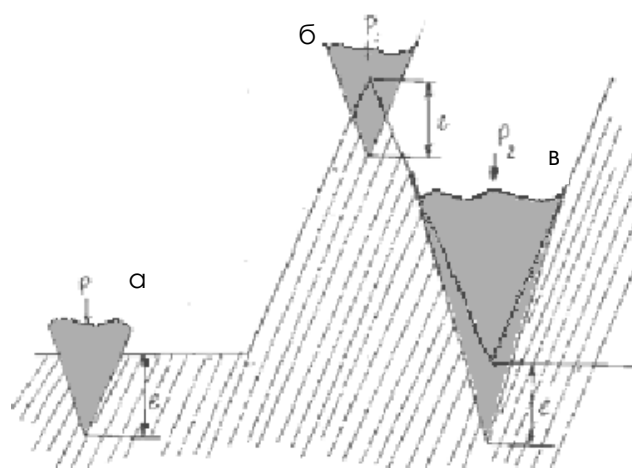


Рис. 7. Модель поверхности после механохимической обработки:

$P_1 < P_2$  - нагрузка;  $l$  - глубина проникновения, во всех случаях одинакова

Если индентор попадает во впадину (см. рис. 7,в), то для проникновения его на ту же глубину  $l$ , что и на ровном участке, необходима гораздо большая нагрузка, так как сопротивление проникновению индентора будут оказывать еще и стенки впадины. На той же диаграмме «твердость-глубина проникновения индентора» получим большее значение твердости. Это различие в значениях твердости будет происходить до тех глубин проникновения индентора, когда сопротивление материала его внедрению на вершинах пиков и на дне впадины не станет равным значению твердости на ровной поверхности.

## ВЫВОДЫ

Показано, что методом индентирования можно исследовать свойства, протекающие в приповерхностных слоях материалов, на глубине не менее 500 нм из-за несовершенства их поверхности.

## ЛИТЕРАТУРА

1. В.К. Григорович. *Твердость и микротвердость металлов*. М.: «Наука», 1976, 230 с.
2. Ю.И. Головин, В.И. Иволгин, В.В. Коренков, Р.И. Рябко. Определение комплекса механических свойств материалов в нанобъемах методом наноиндентирования // *Конденсированные среды и межфазные границы*. 2001, т. 3, № 2, с. 122-135.
3. Ю.И. Головин, В.И. Иволгин, Р.И. Рябко. Вязкоупругое восстановление различных материалов в области динамического наноконтакта // *Письма в ЖТФ*. 2004, т. 30, в. 5, с. 64-69.
4. Ю.И. Головин. *Введение в нанотехнику*. М.: «Машиностроение», 2007.
5. С.Н. Дуб, Н.В. Новиков. Испытания твердых тел на нанотвердость // *Сверхтвердые материалы*. 2004, № 6.
6. W.C. Oliver and G.M. Pharr. An Improved Technique for Determining Hardness and Elastic Modulus Using Load and Displacement Sensing Indentation Experiments // *J. Mater. Res.* 1992, v. 7, № 6, p. 1564–1583.
7. W.C. Oliver and G.M. Pharr, Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology // *J. Mater. Res.* 2004, v. 19, №1, p. 3–20.
8. М.Л. Трунов, В.С. Биланч, С.Н. Дуб. Исследование времязависимого механического поведения материалов при испытаниях на нанотвердость // *Письма в ЖТФ*. 2007, т. 77, в. 10, с. 50-57.

*Статья поступила в редакцию 21.10.2009 г.*

## НАНОІНДЕНТУВАННЯ ПОВЕРХНЕВИХ ШАРІВ МАТЕРІАЛІВ

*В.А. Білоус, В.С. Павлов, Г.М. Толмачова*

З допомогою наноіндентора G200 досліджена нанотвердість в приповерхневих шарах цирконію, міді та хрому. Показано, що стабільні значення нанотвердості можна здобути лише починаючи з глибин 500 нм в залежності від стану поверхні досліджуємого матеріалу.

## NANO INDENTATION OF NEAR-SURFACE LAYERS OF MATERIAL

*V.A. Belous, V.S. Pavlov, G.N. Tolmacheva*

With the help of nanoindenter G200 zirconium, copper and chrome near-surface layer nanohardness was studied. It is shown, that stable value of nanohardness can be obtained only from depth below 500 nm depending on investigated material surface condition.