Nanoindentace a měření vlastností v malém objemu

prof. Ing. Jiří Němeček, Ph.D., DSc.

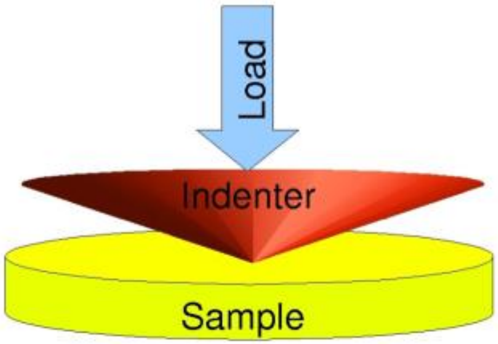
ČVUT Praha, Fakulta stavební

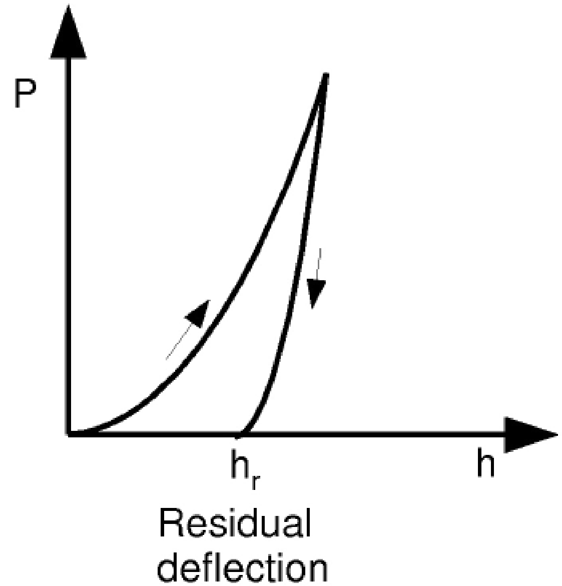
Tvorba výukových materiálů byla podpořena projektem OPVVV, Rozvoj výzkumně orientovaného studijního programu Fyzikální a materiálové inženýrství, CZ.02.2.69/0.0/0.0/16_018/0002274 (2017-18)

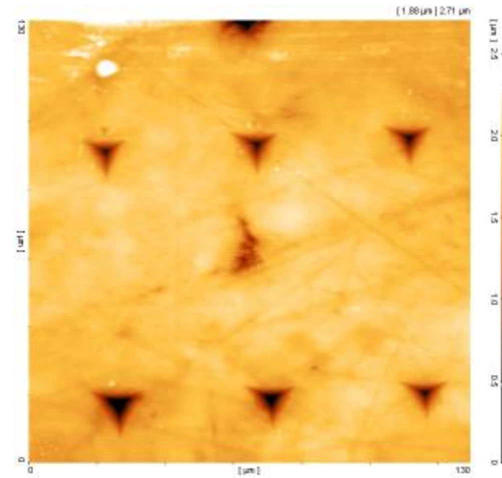
EVROPSKÁ UNIE
Evropské strukturální a investiční fondy
Operační program Výzkum, vývoj a vzdělávání

MINISTERSTVO ŠKOLSTVÍ, MLÁDEŽE A TĚLOVÝCHOVY

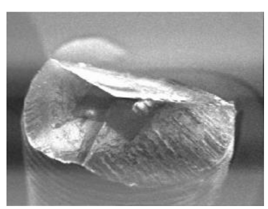
- Zatlačení malého (většinou diamantového) hrotu do materiálu a vytvoření otisku



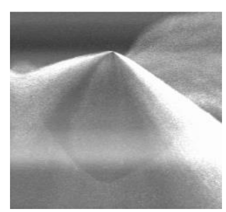




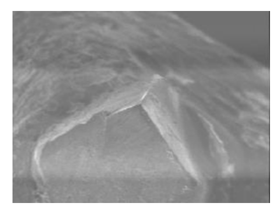
Indentation probes



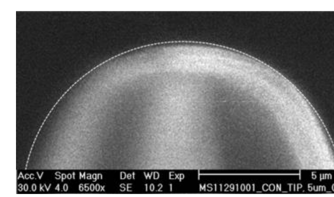
Berkovich



Conospherical



Cube Corner



Sphere

Úvod

•Nanoindentace je výkonná technika používaná pro vyhodnocení mechanických vlastností v nano / mikro-měřítku.

•Používá se pro získání parametrů materiálu, jako je modul pružnosti, tvrdost, mez kluzu nebo viskózní parametry z experimentálních dat zatížení indenteru a hloubky penetrace

• Zatěžovací síly jsou obvykle v rozmezí μN- mN a hloubka v řádu nanometrů

•Pro vytváření otisků do materiálu lze použít různé druhy hrotů

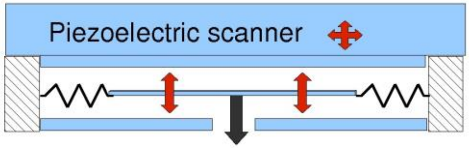
•Mohou být stanoveny vlastnosti velmi malých objemů materiálu v řádu několika desítek nanometrů pod špičkou nanoindenteru

Hysitron

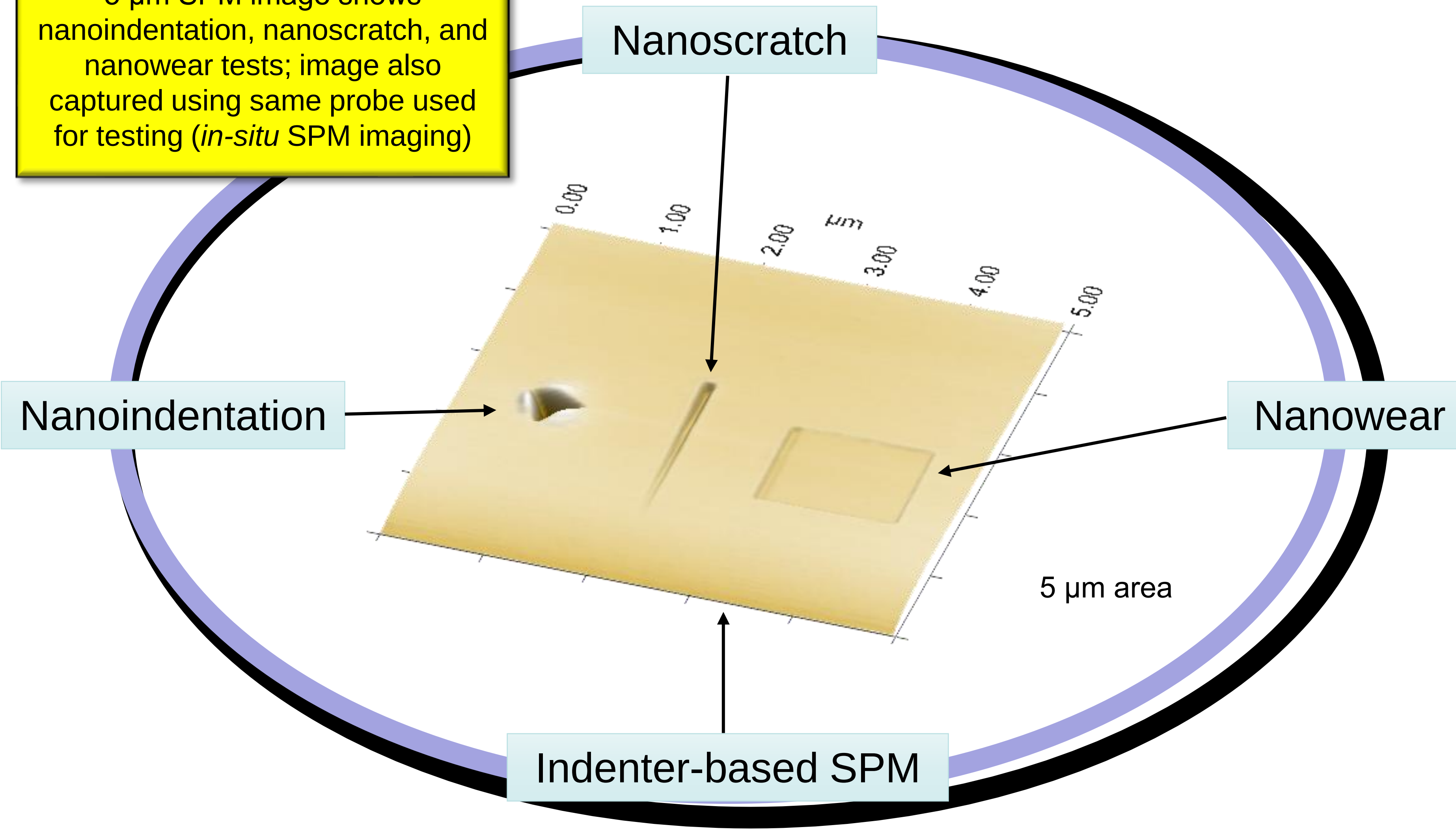
picoindentor

Hysitron

- In-situ SPM imaging
- nanoDMA 0-300Hz
- Modulus mapping
- Scratch test
- Pyramidal indentation (Berkovich)
- Load range 100nN- 30mN (@3nN)
- Z-resolution 0.2 nm
- Load/depth control
- Active anti-vibration

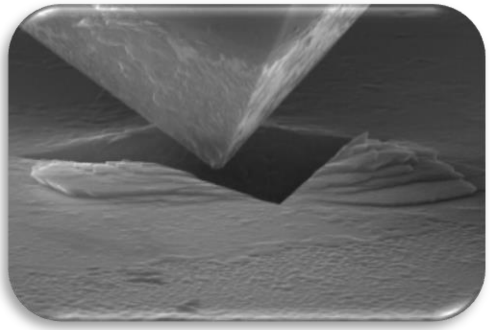


5 µm SPM image shows nanoindentation, nanoscratch, and nanowear tests; image also captured using same probe used for testing (*in-situ* SPM imaging)

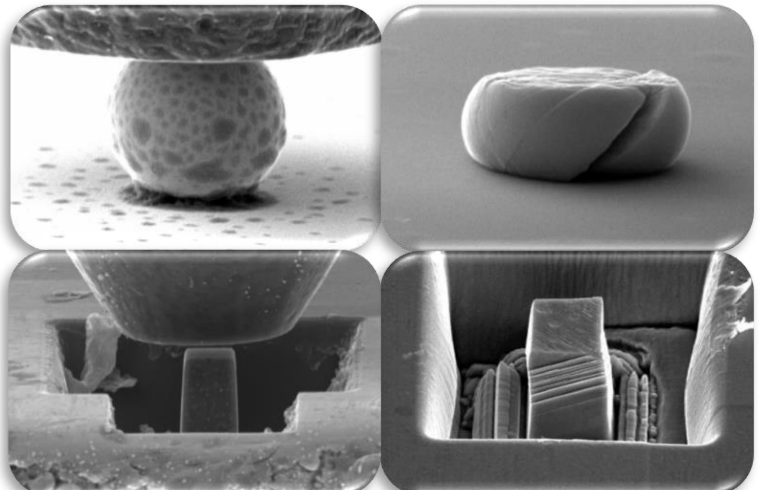


Možnosti indentačních technik

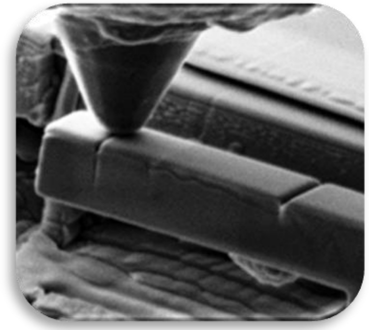
Nanoindentation



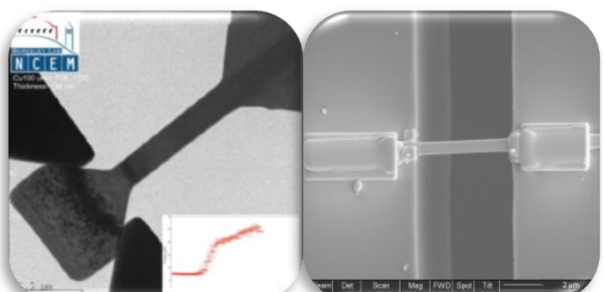
Compression



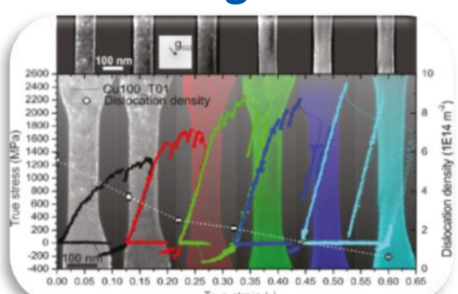
Bend



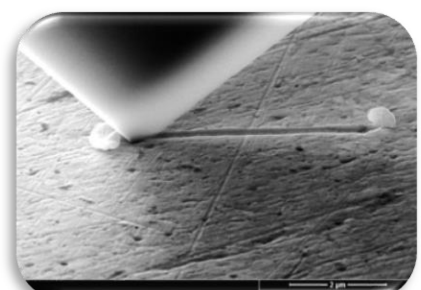
Tension



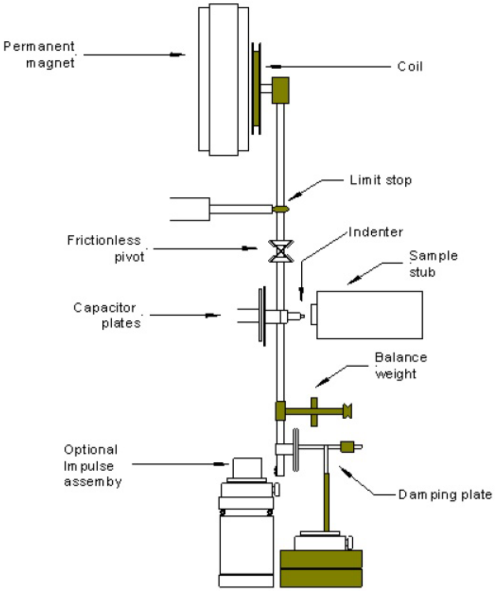
Fatigue



Tribology



Micromaterials



- •Pendulum system; Temperature and humidity chamber
- •Spherical/Pyramidal indentation (Berkovich)
- •Zoom microscope 40x
- • High load 0.1-20 N and low load head 0.1-500 mN
- •High temperature stage 500oC

CSM Instruments

- High-end climatic chamber
- Pyramidal indenter (Berkovich)
- Optical microscope 5x,100x - Nikon (4000x CCD camera)
- Load range 0.1-500 mN
- Depth resolution 0.5 nm
- Reference-ring system
- Cyclic loading
- Static and dynamic testing (sinus 0-20Hz)

Elastický kontakt

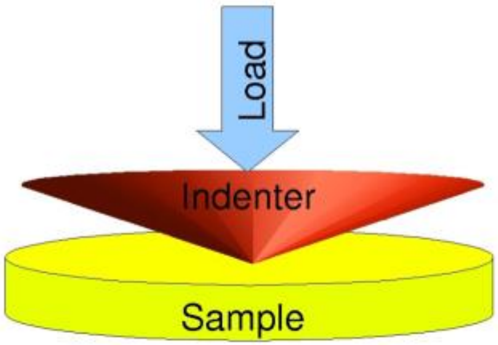
Problém elastického kontaktu byl řešen již v historii:

1882 - Hertz: řešení elastického kontaktu dvou koulí s různými poloměry

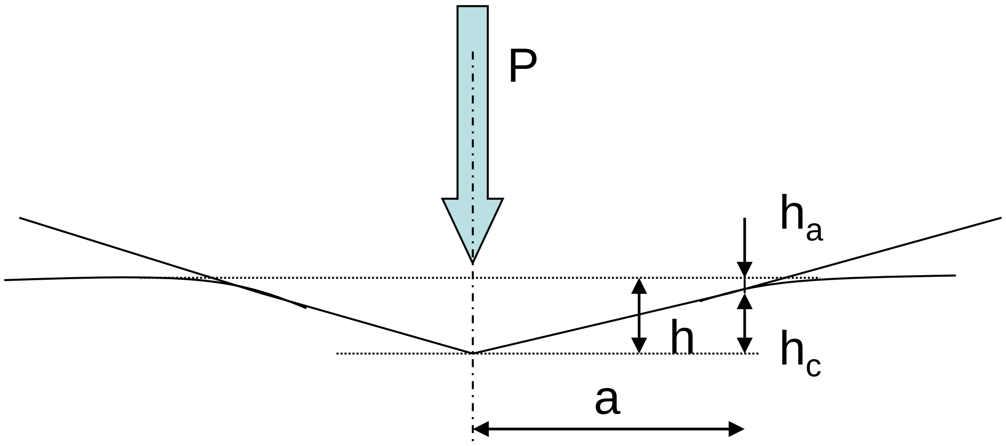
1885 - Boussinesq: vyřešené namáhání a posunutí v pružném tělese pomocí tuhého axisymetrického indentoru

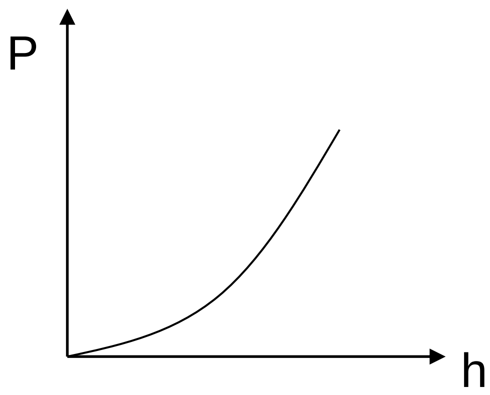
1939,1952- Love: kontakt kuželu a plochy

1965 - Sneddon: obecný vztah mezi zatížením, posunem a kontaktní plochou pro jakýkoliv hrot, který je popsán jako rotačně souměrné těleso (Hertz a Love jsou speciální případy)



I.N. Sneddon, *The relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile,* Int. J. Eng. Sci., 3 (1965), pp. 47-57



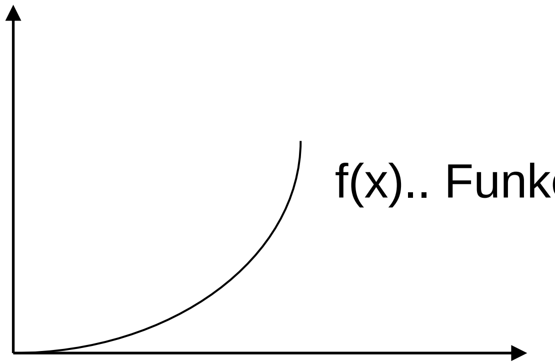


Obecný Sneddonův vztah

$$\boxed{P = \kappa h^m}$$

P.. Síla
h… hloubka
m.. parametr tvaru (m =1 pro válec, 2 pro kužel, 1.5 pro kouli)
κ…konstanta

Řešení deformace pružného poloprostoru



f(x).. Funkce popisující tvar hrotu, x=(0;1)

x=r/a

Rovnice posunů v závislosti na geometrii kontaktu (tvar hortu)

$$h = \int_0^1 \frac{f'(x)}{\sqrt{1-x^2}} dx$$

Sneddonova rovnice pro kontaktní sílu

$$P = 2E_r a \int_0^1 \frac{f'(x)x^2}{\sqrt{1-x^2}} dx$$

Ekvivalentní poddajnost dvou pružných těles (Hertzovo řešení)

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

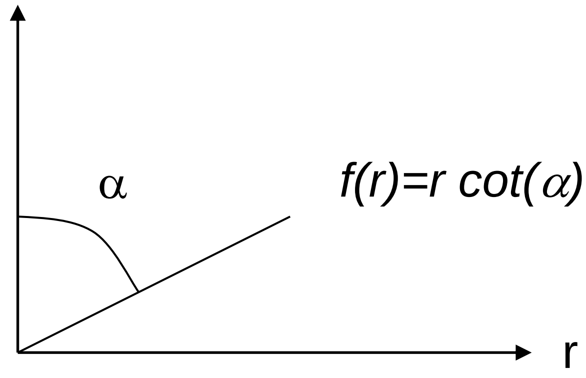
E_r..redukovaný modul
E, ν…charakteristiky indentovaného tělesa
E_i, ν_i… charakteristiky hrotu

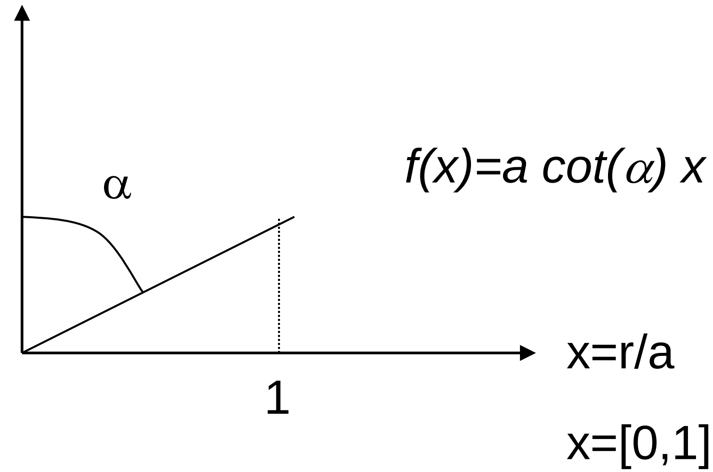
Pro dokonale tuhý hrot $E_i = \propto$

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1-\nu^2)}{E}$$

Teorie

Kontakt kuželu s plochou





$$f'(x) = acot(\alpha)$$

$$h = \int_0^1 \frac{f'(x)}{\sqrt{1-x^2}}dx = acot(\alpha)\int_0^1 \frac{1}{\sqrt{1-x^2}}dx = acot(\alpha)[arcsin(x)]_0^1$$

$$\boxed{h = \frac{\pi}{2}acot(\alpha)}$$

Kontaktní hloubka

$$h_c = f(x)|_{x=1} = acot(\alpha) = \frac{2}{\pi}h = 0.64h$$ (nezávislá na P)

$$h_a = h - h_c = \frac{(\pi-2)}{\pi}h$$

Vztah pro kontaktní sílu $$P = 2E_r a \int_0^1 \frac{f'(x)x^2}{\sqrt{1-x^2}}dx = 2E_r a^2 cot(\alpha) \int_0^1 \frac{x^2}{\sqrt{1-x^2}}dx$$

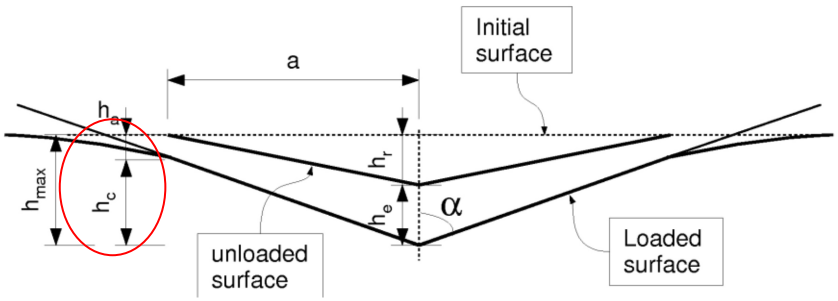
$$\boxed{P = \frac{2}{\pi}E_r tan(\alpha)h^2}$$

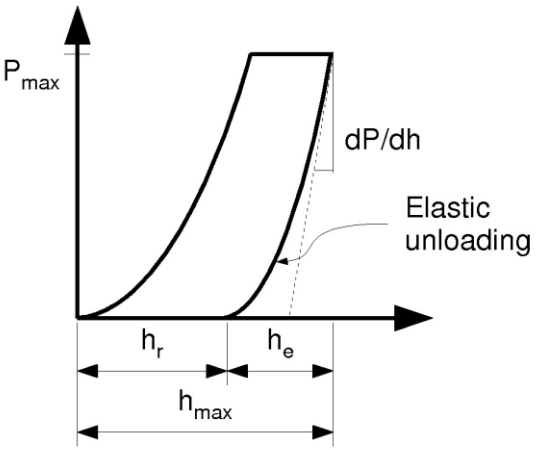
Elastická tuhost $$S = \frac{dP}{dh} = \frac{4}{\pi}E_r tan(\alpha)h = 2E_r a = 2E_r\frac{\sqrt{A(h_c)}}{\sqrt{\pi}}$$

$$A(h_c) = \pi a^2$$

$$\boxed{P = \frac{2}{\pi}\frac{\pi}{4}Sh = \frac{Sh}{2}}$$

Oliver-Pharr method





Elasto-plastic contact

Elastic only at unloading

Power law fit of unloading curve $P = \kappa(h - h_r)^m$

Kontaktní hloubka $h_c = h_{max} - h_a$

$$h_a = \frac{(\pi - 2)}{\pi} h_e = \frac{(\pi - 2)}{\pi}(h - h_r)$$

From Sneddon $$(h - h_r) = 2\frac{P}{S}$$

$$\downarrow$$

$$h_a = \frac{(\pi - 2)}{\pi}(h - h_r) = \frac{(\pi - 2)}{\pi}2\frac{P}{S} = \varepsilon\frac{P}{S}$$

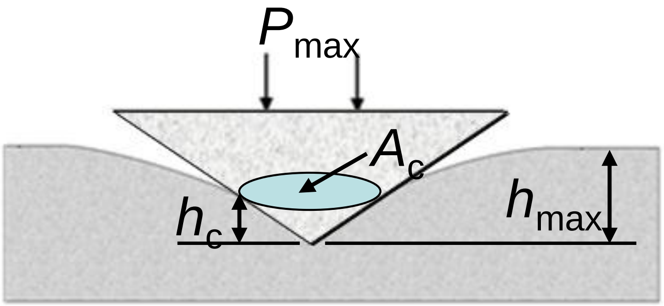
$$\varepsilon = \frac{2}{\pi}(\pi - 2)$$

Experimentálně měřené hodnoty: P_{max}, h_{max}, S

Materiálové charakteristiky

Tvrdost (hardness, H)… hodnota maximálního středního kontaktního tlaku

$$\boxed{H = \frac{P_{max}}{A(h_c)}}$$



Kontaktní hloubka

$$\boxed{h_c = h_{max} - h_a = h_{max} - \varepsilon \frac{P}{S}}$$

Redukovaný modul

$$\boxed{E_r = \frac{S\sqrt{\pi}}{2\sqrt{A(h_c)}}}$$

Youngův modul pružnosti

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

Další geometrie hrotu

- Kužel $\varepsilon = 0.7268$
- Válec $\varepsilon = 1$
- Paraboloid $\varepsilon = 0.75$

Nerotační tvary

- Berkovich $\varepsilon = 0.75$

Korekce na nerotační tvar

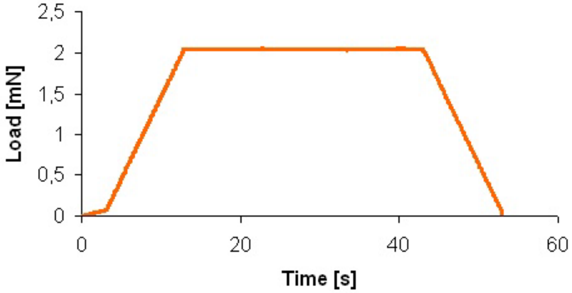
Kruh $\beta = 1$
Trojúhelník (Berkovich, cube corner) $\beta = 1.034$
Čtverec (Vickers) $\beta = 1.012$

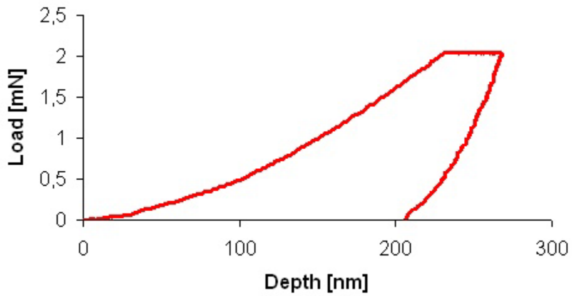
$$\boxed{E_r = \frac{S\sqrt{\pi}}{2\beta\sqrt{A(h_c)}}}$$

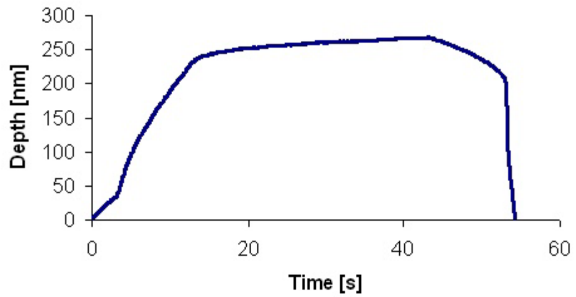
R.B. King, *Elastic analysis of some punch problems for a layered medium*
Int. J. Solids Struct., 23 (1987), pp. 1657-1664

Měření časově závislé deformace

•Mnoho materiálů (plasty, kovy, dřevo, beton atd.) vykazuje časově závislé chování při zatížení, nazývané dotvarování (creep).
•Creep působí během celé historie zatěžování.
•Projevuje se hlavně během fáze držení zatížení (holding) a může být pozorována také v části odtížení křivky P-h
•Standardní elastické parametrym, jako je modul pružnosti může být ovlivněn dotvarováním , protože se porjeví na sklonu S křivky P-h



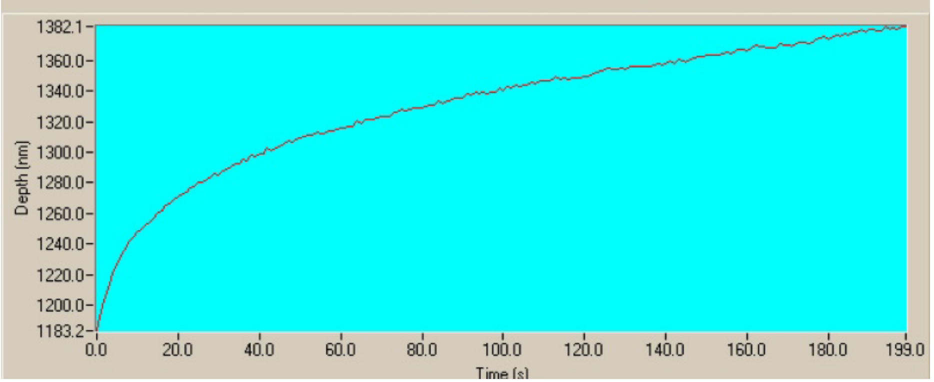




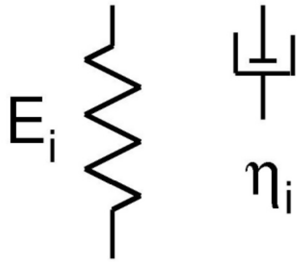
Holding

•Nejčastějším způsobem, jak hodnotit dotvarování, je uplatnění konstantního zatížení po určitou dobu (čas držení).

• Výslednou křivku deformace lze analyzovat pomocí různých teorií, jako je např. viskoelasticita.



Viscoelastický materiál lze charakterizovat dvěma základními prvky:
•pružina a
•tlumič
Každý prvek je popsán materiálovou konstantou: modul pružnosti E a viskozitou η

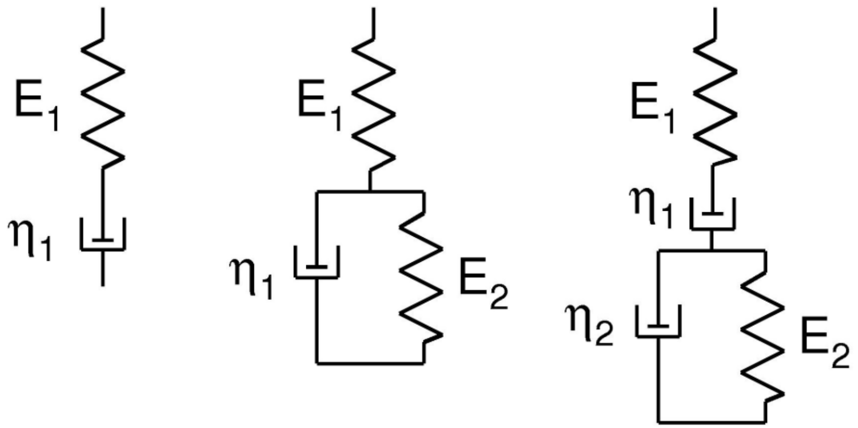


Síla v pružině $F = Eu(t)$
Napětí v pružině $\sigma = E\varepsilon(t)$

Síla v tlumiči je úměrná rychlosti výchylky $F = \eta\dot{u}(t)$

Napětí v tlumiči je úměrné rychlosti deformace $\sigma = \eta\dot{\varepsilon}(t)$

Chování materiálu může být popsáno dvěma a více prvky spojených sériově nebo paralelně.
Např.



Maxwell

Kelvin-Voigt

Maxwell-Kelvin-Voigt (Burgers)

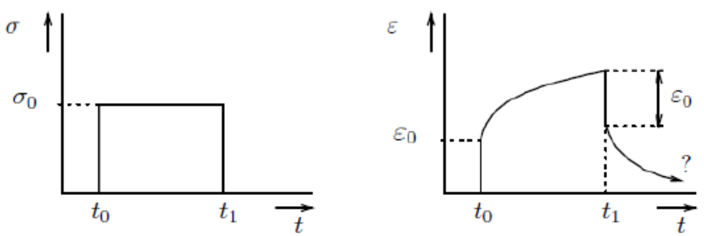
viskoelasticita

Boltzman integral pro strain a stress

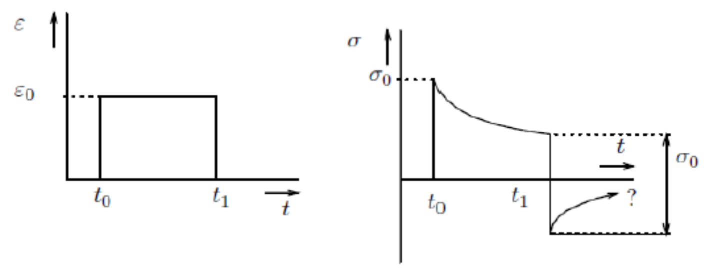
$$\epsilon(t) = \int_{\tau=t_0}^{t} J(t-\tau)\frac{d\sigma(\tau)}{d\tau}d\tau$$

$$\sigma(t) = \int_{\tau=t_0}^{t} R(t-\tau)\frac{d\epsilon(\tau)}{d\tau}d\tau$$

Step loads



(a)

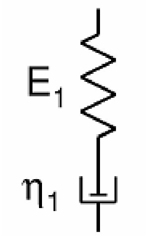


(b)

$$\epsilon(t) = \sigma_0 J(t)$$

$$\sigma(t) = \epsilon_0 R(t)$$

Maxwell



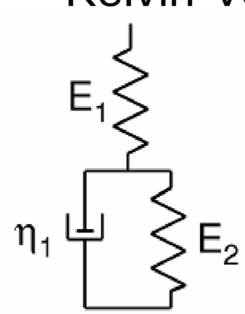
$$\epsilon(t) = \epsilon_E + \epsilon_\eta$$

$$\dot{\epsilon}(t) = \frac{\dot{\sigma}(t)}{E} + \frac{\sigma(t)}{\eta}$$

$$\sigma(t) = \sigma_0 H(t,0)$$
$$\dot{\sigma}(t) = \sigma_0 \delta(t,0)$$
$$\dot{\epsilon}(t) = \frac{\sigma_0}{E}\delta(t,0) + \frac{\sigma_0}{\eta}$$
$$\epsilon(t) = \frac{\sigma_0}{E}H(t,0) + \frac{\sigma_0}{\eta}t = \sigma_0\left(\frac{1}{E} + \frac{t}{\eta}\right) = \sigma_0 J(t)$$

Pro kónický hrot $$h^2(t) = \frac{\pi}{2}P_0 cot\alpha\left(\frac{1}{E_1} + \frac{1}{\eta_1}t\right)$$

Kelvin-Voigt

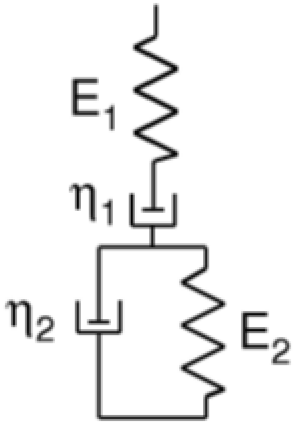


(z podmínky kompatibility) $$E_1E_2\varepsilon + E_1\eta_1\varepsilon = (E_1 + E_2)\,\sigma + \eta_1\dot{\sigma}$$

$$\varepsilon = \sigma_0\left[\frac{1}{E_1} + \frac{1}{E_2}\left(1 - e^{-t\frac{E_2}{\eta_1}}\right)\right]$$

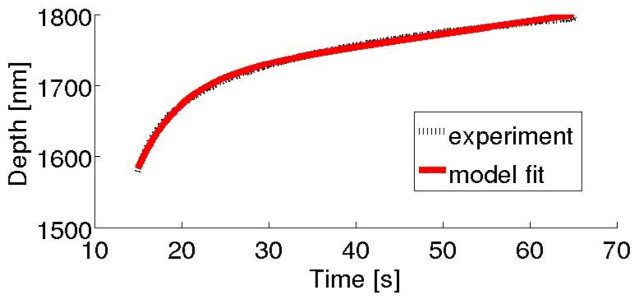
Pro kónický hrot $$h^2(t) = \frac{\pi}{2}P_0 cot\alpha\left(\frac{1}{E_1} + \frac{1}{E_2}\left(1 - e^{-t\frac{E_2}{\eta_1}}\right)\right)$$

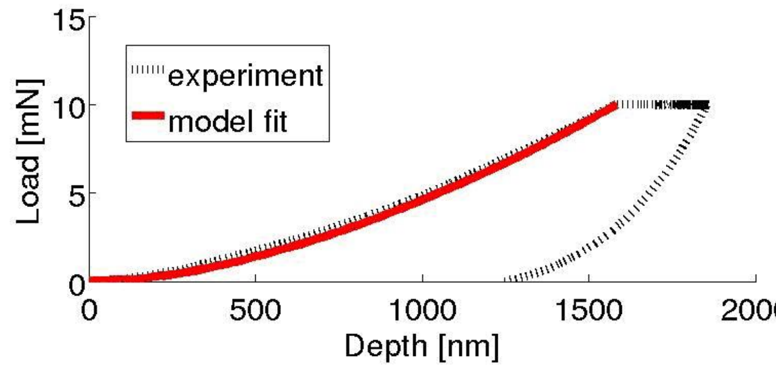
Maxwell-Kelvin-Voigt
(Burgers)

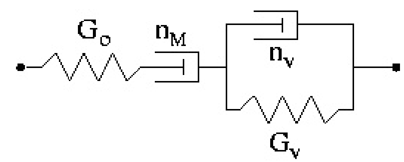


Pro kónický hrot

$$h^2(t) = \frac{\pi}{2} P_0 cot\alpha \left(\frac{1}{E_1} + \frac{1}{E_2} \left(1 - e^{-t\frac{E_2}{\eta_2}} \right) + \frac{1}{\eta_1} t \right)$$





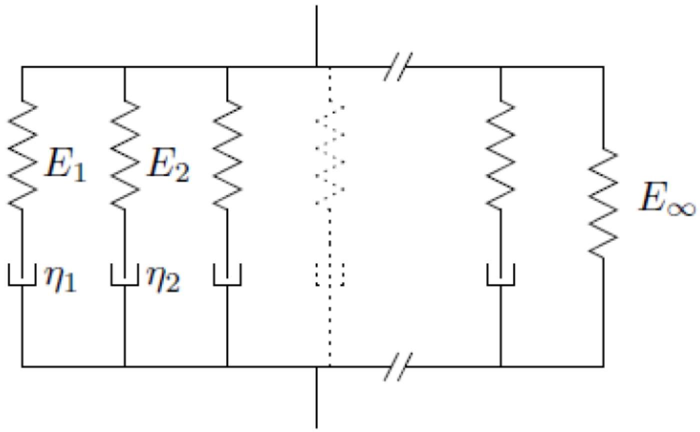


Příklad:
- PMMA
- Burgers model
- lichoběžníkový tvar zatížení se třemi segmenty (15, 50,15 s)
- Maximální použitá síla byla P = 10 mN.

Tab. 1: Calculated parameters assuming Poisson's ratio= 0.32.

Indent No.	G_0 [GPa]	η_M [GPa.s^{-1}]	η_V [GPa.s^{-1}]	G_V [GPa]
01	0.95	280.11	8.64	1.50
02	1.52	225.39	7.64	1.31
03	1.19	260.24	7.31	1.37
04	1.12	225.63	5.60	1.10
05	1.52	240.07	7.30	1.27
06	1.22	286.48	10.51	1.66
Mean	**1.25**	**252.99**	**7.83**	**1.37**
St. dev.	**0.23**	**26.78**	**1.64**	**0.20**

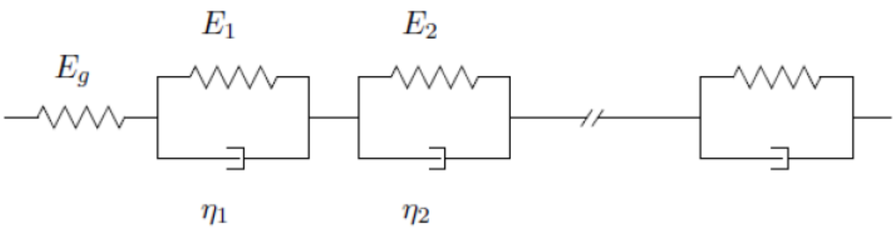
Generalizovaný Maxwell model



$$R(t) = E_\infty + \sum E_i e^{-\frac{t}{\tau_i}}$$

$$\tau_i = \frac{\eta_i}{E_i}$$

Generalizovaný Kelvin model



$$J(t) = \frac{1}{E_g} + \sum \frac{1}{E_i}\left(1 - e^{-\frac{t}{\tau_i}}\right)$$

$$\tau_i = \frac{\eta_i}{E_i}$$

$$J_g = \frac{1}{E_g}$$

$$J_i = \frac{1}{E_i}$$

Pro kužel
a
a step load

$$h^2(t) = \frac{\pi(1-\nu^2)}{2\tan\alpha}\int_0^\infty J(t-\tau)\frac{dP(\tau)}{d\tau}d\tau$$

$$h^2(t) = \frac{\pi(1-\nu^2)}{2\tan\alpha}P_{max}\left(\frac{1}{E_\infty} + \sum \frac{1}{E_i}\left(1 - e^{-\frac{t}{\tau_i}}\right)\right)$$