

ПРИБОРЫ, ИЗГОТОВЛЕННЫЕ В ЛАБОРАТОРИЯХ

УДК 620.172/173+537.533.35

УСТАНОВКА ДЛЯ МЕХАНИЧЕСКИХ ИСПЫТАНИЙ *IN SITU* В РАСТРОВОМ ЭЛЕКТРОННОМ МИКРОСКОПЕ

© 2023 г. Т. Д. Пацаев^а, Е. В. Ястремский^{а,б}, С. В. Крашенинников^а, А. Е. Крупнин^а,
К. Г. Антипова^а, К. Е. Луканина^а, Т. Е. Григорьев^а, Р. А. Камышинский^{а,б}, А. Л. Васильев^{а,б}

Поступила в редакцию 09.11.2022 г.

После доработки 15.12.2022 г.

Принята к публикации 16.01.2023 г.

DOI: 10.31857/S0032816223030266, EDN: CWXJHP

Определение физико-механических свойств материалов – важная составляющая разработки изделий практически во всех сферах науки и техники. Такие исследования необходимы при разработке полимерных матриц – основы для формирования искусственных органов и тканей, на которые высаживают культуры клеток [1]. Для оценки механических свойств материалов матриц используются испытательные установки, измеряющие напряжения в материале в зависимости от его деформации [2]. Процесс формирования разрывов в матриксе и их распространение при рассмотрении на микроуровне, даже для идентичных материалов, могут кардинально различаться в зависимости от морфологических особенностей матрикса. Из-за сложной геометрии матрикса невозможно использовать простые модели механики разрушений для описания происходящих процессов. Дополнительная визуализация помогает решить задачу качественного и количественного описания процесса деформирования и разрыва топологически сложных волокнистых, губчатых или пленочных структур. В силу большой глубины резкости в растровой электронной микроскопии (РЭМ) (в отличие от световой микроскопии) возможно получение хорошо сфокусированного изображения в широком диапазоне толщин образца [3]. Ограничением РЭМ является требование электропроводности объекта исследования, однако в современных растровых электронных микроскопах эта проблема решается с помощью “ухудшения” вакуума и напуска водяных паров в камеру прибора, что снимает заряд с поверхности образца. Этот метод получил название ЕРЭМ (РЭМ в режиме естественной среды) [4]. Однако использование ЕРЭМ требует понижения температуры образца.

Исследования механических свойств различных материалов *in situ* методами РЭМ/ЕРЭМ проводились ранее [5–7], но практически только для “твердотельных” образцов. В настоящей публикации представлена созданная нами установка для механических испытаний *in situ* полимеров (хотя возможны любые другие материалы) в камере растрового электронного микроскопа Versa (Thermo Fisher Scientific, США), работающего в режиме ЕРЭМ.

Общий вид установки в камере растрового электронного микроскопа представлен на рис. 1. Основа установки – металлический каркас для фиксации образца, совмещенный со столиком 2 для ЕРЭМ. На каркасе размещены неподвижный зажим 1 для образцов, шаговый электродвигатель (3) CTN28-0601-30 (ToAuto, Китай) с точностью шага 50 мкм, способный перемещать вдоль одного направления упор, на котором последователь-

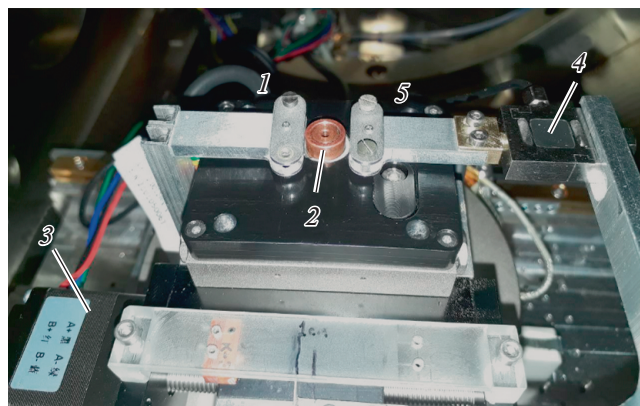


Рис. 1. Установка внутри камеры растрового электронного микроскопа. 1 – неподвижный зажим; 2 – столик для ЕРЭМ-экспериментов с возможностью охлаждения образца и регулирования влажности среды; 3 – мотор с подвижным элементом, на котором закреплен тензометрический датчик 4 со вторым зажимом 5.

^аНациональный исследовательский центр “Курчатовский институт”, Россия, Москва.

^бИнститут кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ “Кристаллография и фотоника” РАН, Россия, Москва.

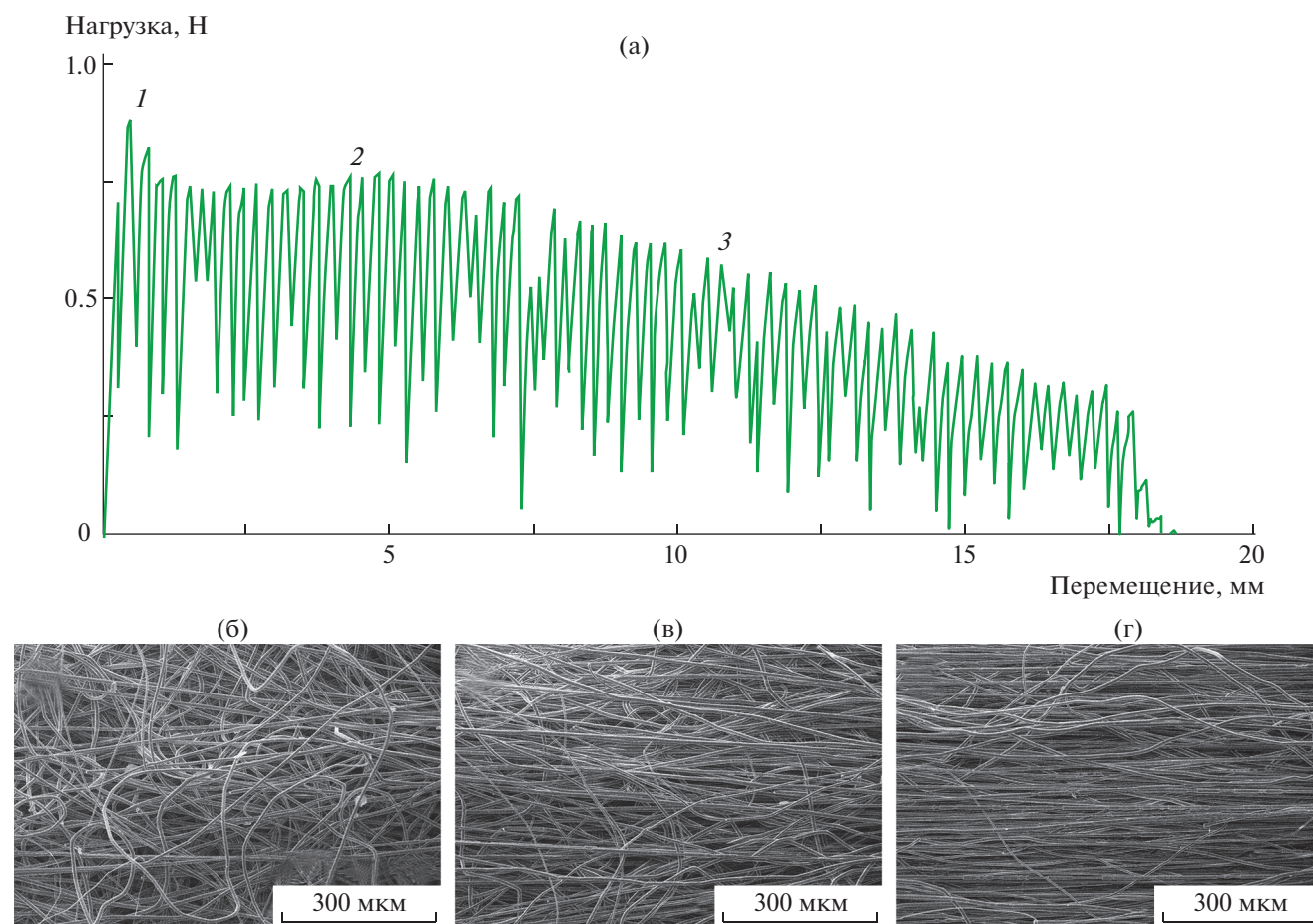


Рис. 2. а – график зависимости нагрузки от перемещения при растяжении волокнистого нетканого образца полилактида (ПЛА); б–г – изображения, полученные в растровом электронном микроскопе, соответствующие моментам 1–3 эксперимента, показывающие изменение направления волокон.

но закреплены тензометрический датчик (4) F28082210068-100N (Tecsis, Индия) и второй зажим 5. В установке можно исследовать образцы толщиной до 7 мм, для чего были разработаны сменные зажимы с вертикальной фиксацией удерживающих элементов. Для каждого из зажимов предусмотрено два типа фиксаторов для проведения испытаний на растяжение и упор для испытаний на сжатие.

Для считывания данных тензометрического датчика было сконструировано устройство на основе микроконтроллера ATmega328 на плате, совместимой с Arduino (Италия) (управляющая плата с собственным процессором, памятью и контактами) и аналого-цифровым преобразователем NH711 с усилителем сигнала. Предусмотрен контакт образца с охлаждающим устройством. Также было разработано программное обеспечение, позволяющее подключаться к устройству по последовательному порту. Ввод шины управления и получения данных осуществляется через штатный вакуумный разъем микроскопа. Можно зада-

вать скорость растяжения (или сжатия), которую принято устанавливать равной 100% или 250% от начальной длины образца в минуту (что для стандартных образцов соответственно составляет 10 мм/мин или 25 мм/мин).

После задания необходимых параметров и начала эксперимента данные записываются и отображаются в виде графика зависимости нагрузки (H) от перемещения (в миллиметрах) в реальном времени. Для одновременного получения деформационных данных и регистрации микрофотографий образец растягивается или сжимается на выбранное расстояние в диапазоне от 50 мкм до 20 мм, причем в процессе эксперимента движение останавливается на время, необходимое для получения изображения, после чего движение возобновляется. Во время остановки происходит релаксация материала, что вызывает появление “пилы” на графике (рис. 2). Для верификации полученных результатов аналогичные образцы были протестированы на поверенной установке INSTRON 5965, в результате было выявлено вы-

сокое совпадение механических характеристик. Небольшой разброс проявлялся из-за индивидуальных особенностей полимерных губчатых и нетканых образцов.

ФИНАНСИРОВАНИЕ РАБОТЫ

Работа поддержана Российским научным фондом (грант № 21-13-00321, “Деформационное поведение биоразлагаемых матриц различного типа при механических нагрузках”).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Teoh G.Z., Klanrit P., Kasimatis M., Seifalian A.M.* // *Minerva medica*. 2015. V. 106. P. 17.
2. *Ventre M., Mollica F., Netti P.A.* // *Journal of biomechanics*. 2009. V. 42. № 4. P. 430.
<https://doi.org/10.1016/j.jbiomech.2008.12.004>
3. *Солсбери А., Роулэнд Г., Кларк Д.* // *Успехи физических наук*. 1969. Т. 99. № 12. С. 673.
4. *Donald A.M.* // *Nature materials*. 2003. V. 2. № 8. P. 511.
<https://doi.org/10.1038/nmat898>
5. *Brandt L.R., Salvati E., Le Bourhis E., Korsunsky A.M.* // *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*. 2020. V. 145. Article Number 104145.
<https://doi.org/10.1016/j.jmps.2020.104145>
6. *Comley K., Fleck N.A.* // *Journal of biomechanics*. 2010. V. 43. № 9. P. 1823.
<https://doi.org/10.1016/j.jbiomech.2010.02.029>
7. *Frühmann K., Burgert I., Stanzl-Tschegg S.E.* // *Holzforschung*. 2003. V. 57. P. 326.
<https://doi.org/10.1515/HF.2003.048>

Адрес для справок: Россия, 123182, Москва, площадь Академика Курчатова 1, НИЦ “Курчатовский институт”. E-mail: a.vasiliev56@gmail.com