

КОСВЕННАЯ ОЦЕНКА ФУНКЦИИ ФОРМЫ ИНДЕНТОРА ДЛЯ КОНТРОЛЯ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МЕТОДОМ ИНСТРУМЕНТАЛЬНОГО ИНДЕНТИРОВАНИЯ



А. И. Потапов,
д-р техн. наук, проф.,
Национальный
Санкт-Петербургский
горный университет,
г. Санкт-Петербург, Россия.
E-mail: apot@mail.ru



К. В. Гоголинский,
д-р техн. наук,
ВНИИМ им. Д. И. Менделеева,
Москва, Россия.
E-mail: k.v.gogolinskiy@vniim.ru



А. В. Кондратьев,
Санкт-Петербургский
государственный морской
технический университет,
г. Санкт-Петербург, Россия.
E-mail: kondratiev91@rambler.ru



А. С. Уманский,
Санкт-Петербургский
горный университет,
г. Санкт-Петербург, Россия.
E-mail: refreshhermd@gmail.com



Статья поступила в редакцию 21.09.2016

Развитие технического прогресса в различных областях машиностроения ставит задачу контроля модифицированных слоев, покрытий, тонких пленок, сложноструктурированных материалов на масштабах от десятков микрометров до единиц нанометров. Наибольшее развитие в этом направлении получил метод инструментального индентирования, основанный на непрерывном измерении нагрузки и перемещения индентора в процессе индентирования (рис. 1), а также автоматическом построении зависимости приложенной силы от глу-

Рассмотрены проблемы неидеальности индентора и принципы оценки его функции формы для обеспечения заданных метрологических характеристик при расчете механических свойств образцов методом инструментального индентирования. Предложен алгоритм косвенной оценки функции формы индентора, для подтверждения корректности которого проведены сравнительные измерения на образцах плавленого кварца и кремния с ориентацией кристаллов (100) по индексу Миллера. Приведены зависимости результатов измерения твердости и модуля упругости от глубины индентирования после коррекции функции формы индентора.

Ключевые слова: инструментальное индентирование, функция формы, твердость, модуль упругости, механические свойства.

A. I. Potapov (National Mineral Resource University, St. Petersburg, Russia);
K. V. Gogolinskiy (D. I. Mendeleev Institute for Metrology, Moscow, Russia);
A. V. Kondratiev (St.-Petersburg State Marine Technical University,
St. Petersburg, Russia)
A. S. Umanskiy (National Mineral Resource University, St. Petersburg, Russia)

INDIRECT ASSESSMENT OF INDENTER AREA FUNCTION FOR MEASURING MECHANICAL PROPERTIES BY INSTRUMENTED INDENTATION

The article deals with the problem of imperfection of the indenter geometry and the principles of assessment of indenter area function for the calculation of the mechanical properties of the samples by the instrumented indentation method with required uncertainty. An algorithm for indirect determination of indenter area function is proposed. The indenter area function is calculated from the series of indentations in calibrated reference material, such as fused silica, and solving inverse task with known hardness, elasticity modulus of material and contact depth of indentations. The indentations should be carried out in effective range of load. To confirm the correctness of suggested indirect indenter area function determination algorithm, comparative measurements on samples of fused quartz and silicon with crystal orientation (100) were carried out in the range of indentation contact depth from 70 nm to 1050 μm . The dependences of hardness and elasticity modulus from the indentation depth are analyzed.

Keywords: instrumented indentation, nanoindentation, mechanical properties, hardness testing, elasticity modulus.

Received 21.09.2016

бины внедрения – диаграммы нагружения (или нагрузка-внедрение) (рис. 2) [1, 2].

Как известно, на результаты измерения по методу инструментального индентирования влияет множество независимых источников неопределенности, подробно рассмотренных в работе [6].

Одним из основных источников неопределенности результатов измерений является функция формы индентора, которая определена как зависимость площади сечения индентора, перпендикулярного его оси, от расстояния до вершины инден-

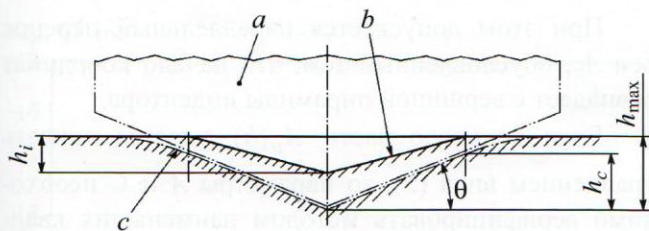


Рис. 1. Схематическое изображение процесса индентирования:

a – индентор; *b* – поверхность отпечатка в испытуемом образце после полной разгрузки; *c* – поверхность контакта испытуемого образца с индентором при максимальной глубине и нагрузке; θ – максимальный угол между поверхностью испытуемого образца и индентора; h_{max} – глубина внедрения при максимальной нагрузке; h_c – глубина внедрения в образец с учетом прогиба исходной поверхности; h_i – точка пересечения касательной к кривой разгрузки с осью *h*

тора [1 – 5]. Функция формы индентора непосредственно используется для расчета основных величин, измеряемых методом инструментального индентирования – твердости по шкалам Мартенса НМ и индентирования H_{IT} и модуля упругости *E*.

Приведенный модуль E_r вычисляют из диаграммы нагрузка-внедрение по формуле

$$E_r = \frac{1}{\beta} \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A_p(h_c)}}, \quad (1)$$

где *S* – тангенс угла наклона касательной к кривой разгрузки; $A_p(h_c)$ – контактная площадь, определяемая из функции формы индентора $A_p(h)$ на глу-

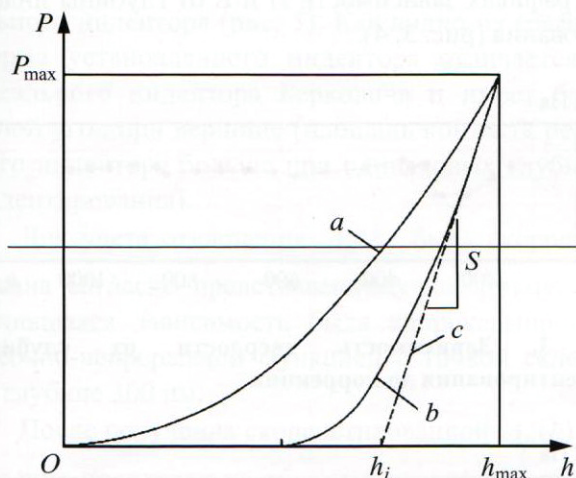


Рис. 2. Общий вид диаграммы нагрузка-внедрение:

a – нагружение; *b* – разгрузка; *c* – касательная к кривой разгрузки в точке максимальной нагрузки P_{max} ; h_{max} – глубина внедрения при максимальной нагрузке; h_i – точка пересечения касательной к кривой разгрузки с осью *h*; *S* – тангенс наклона угла касательной к кривой разгрузки

бине h_c внедрения в образец с учетом прогиба исходной поверхности, которую находят из соотношений:

$$h_c = h_{max} - \varepsilon \left(\frac{P_{max}}{S} \right); \quad (2)$$

$$h_c = h_{max} - \varepsilon (h_{max} - h_i), \quad (2.1)$$

где h_{max} – максимальная глубина внедрения; h_i – точка пересечения касательной к кривой разгрузки с осью *h*; P_{max} – максимальная нагрузка; ε – коэффициент формы индентора.

Модуль упругости материала *E* вычисляется из соотношения

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1-\nu^2)}{E} + \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i}, \quad (3)$$

где E_i , ν_i – модуль Юнга и коэффициент Пуассона индентора; ν – коэффициент Пуассона материала испытуемого образца, которые полагаются известными.

Твердость индентирования рассчитывается по формуле

$$H_{IT} = \frac{P_{max}}{A_p(h_c)}, \quad (4)$$

где P_{max} – максимальная нагрузка, прикладываемая к индентору; $A_p(h_c)$ – площадь проекции контактирующей части наконечника.

Особенности оценки функции формы индентора

Как правило, при проведении измерений по методу инструментального индентирования используются алмазные 3-гранные пирамиды Берковича или (реже) 4-гранные Виккерса, а также пирамиды «угол куба». Идеальные функции формы таких инденторов представляют собой квадратичные зависимости от глубины индентирования *h*. Однако при уменьшении *h* до единиц микрометров форма инденторов начинает отклоняться от идеальной, а непосредственно к вершине приближается к сферической. Характерный радиус закругления вершины инденторов, заявляемый производителями, варьируется в пределах 50...150 нм, что относится к производственным допускам. Как правило, в спецификации на индентор указывается идеальная функция формы без учета особенностей геометрии индентора при вершине. Применение в расчетах заявленной $A_p(h)$ может критически сказаться на результатах индентирования, в частности на глубинах меньше нескольких микрон, в связи с чем существует необходимость определения действительной функции формы.

Существует ряд способов измерения геометрии вершины индентора, подробно рассмотренных в работе [7]. Их можно условно разделить на прямые и косвенные. Первые подразумевают построение 3-мерной модели путем сканирования самого индентора или его отпечатка с помощью сканирующего атомно-силового микроскопа и введения коррекции на радиальную составляющую деформации (Аппех I, [2]). Вторые предполагают решение обратной задачи по результатам индентирования материалов с известными свойствами. Ввиду дороговизны оборудования АСМ большее распространение получили косвенные методы определения $A_p(h)$, однако в текущей версии стандарта [1] процедура косвенной оценки не описана в полной мере, в связи с чем был разработан предлагаемый алгоритм.

Алгоритм косвенной оценки функции формы индентора

Метод косвенного определения $A_p(h)$ не требует получения изображения индентора или его отпечатков и заключается в проведении серии измерений по методу инструментального индентирования на эталонном материале (Аппех С, [2]), в качестве таких материалов, как правило, используются поликарбонат, сапфир и плавленый кварц. Для реализации данного подхода важно точно знать значения модуля упругости E и коэффициентов Пуассона, а также твердость эталонного материала и индентора. Кроме того, должно выполняться требование изотропии, иными словами, отсутствия зависимости H и E от глубины внедрения.

Первым шагом является проведение серии индентирований в эталонный материал в рабочем диапазоне нагрузок. Второй шаг предусматривает проведение обсчета этой серии и построение для нее $A_p(h)$ по результатам решения обратной задачи, задаваясь параметрами эталонного материала.

Получаемую зависимость следует аппроксимировать любой монотонной непрерывной функцией. Функция может быть кусочная, но в точке сшивки участков должны выполняться условия:

- обе функции формы принимают одинаковые значения;

- точка должна быть единственной в интервале $h_0 \in [0...+\infty]$.

С использованием графического анализа определяется, как отличается полученная $A_p(h)$ от идеальной вида

$$A(h) = Ah^2 + C, \quad (5)$$

где A – коэффициент квадратичной функции; C – свободный член квадратичной функции.

При этом допускается параллельный перенос оси A_p , обусловленный тем, что начало координат совпадает с вершиной пирамиды индентора.

Если большую часть $A_p(h)$ удастся описать уравнением вида (5), то параметры A и C необходимо верифицировать методом наименьших квадратов. Как правило, данный участок соответствует области больших нагрузок, вызывающих большее внедрение индентора. Область меньших нагрузок можно аппроксимировать иной зависимостью, например функцией формы сферы, с соблюдением указанных условий.

В случае если функцию невозможно описать функцией вида (5), ее можно заменить таблицей значений и соответствующим интерполяционным полиномом.

Для подтверждения работоспособности описанного алгоритма с использованием микро/нанотвердомера «Константа МНТ» была проведена серия индентирований с нагрузками 1, 2, 3, 5, 7, 9, 10, 15, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100, 110, 120, 130, 140, 150 мН с шестью измерениями на каждое значение нагрузки. В качестве эталонного материала использовался плавленый кварц с параметрами $H = 9,5 \pm 0,5$ ГПа и $E = 72 \pm 2$ ГПа, поверенный в Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Германия.

Полученные данные были обработаны с применением идеальной функции формы индентора Берковича $A_p = 23,96h^2$, результаты представлены на графиках зависимости H и E от глубины индентирования (рис. 3, 4).

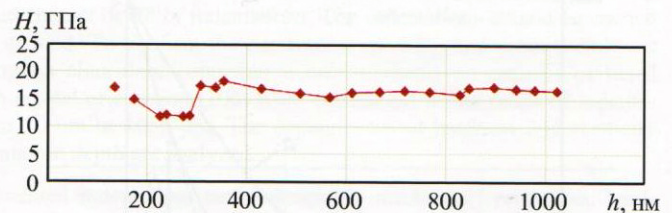


Рис. 3. Зависимость твердости от глубины индентирования до коррекции

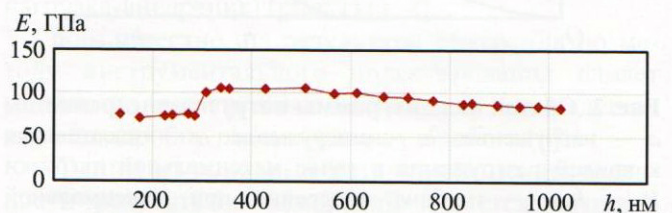


Рис. 4. Зависимость модуля упругости от глубины индентирования до коррекции

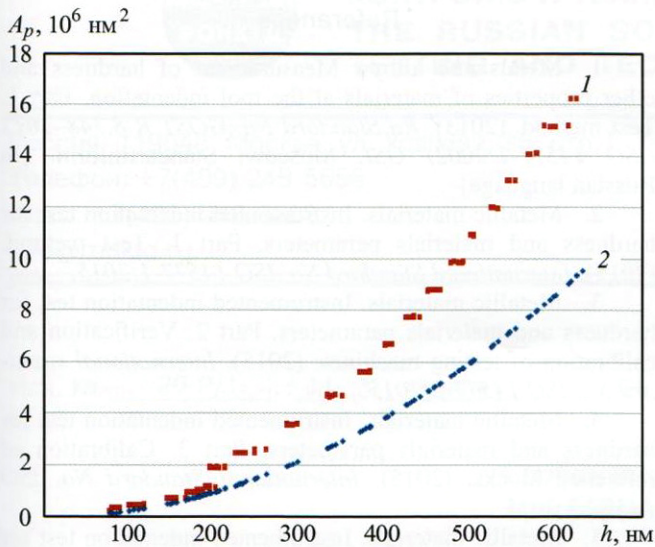


Рис. 5. Изображение функции формы реального индентора (1) и идеального индентора Берковича (2)

Как видно, значения H и E значительно завышены относительно параметров образца: 15,8 и 89 ГПа соответственно. В области $h = 0 \dots 300$ нм значения H и E отличаются от аналогичных на глубинах $h = 300 \dots 1050$ нм. Данный факт противоречит тому, что у плавленого кварца значения твердости и модуля упругости не меняются в зависимости от глубины индентирования. Все это говорит об отклонении геометрии индентора от идеальной. Для визуализации отклонения в одной системе координат были построены две функции формы – идеального индентора Берковича и реального индентора (рис. 5). Как видно из графика, форма установленного индентора отличается от идеального индентора Берковича и имеет более тупой угол при вершине (площадь контакта реального индентора больше при одинаковых глубинах индентирования).

Для учета отклонения $A_p(h)$ была скорректирована согласно представленному алгоритму. Получившаяся зависимость была аппроксимирована кусочно-непрерывной функцией с точкой склейки на глубине 300 нм.

После получения скорректированной $A_p(h)$ измерения повторили на образцах плавленого кварца и кремния Si(100), результаты измерений приведены в таблице. Для полученных измерений были построены зависимости H и E от глубины индентирования (рис. 6, 7).

В результате измерений физико-механических характеристик плавленого кварца и глубин индентирования от 130 до 1050 нм после коррекции

Результаты измерений с применением скорректированной $A_p(h)$

Материал	Твердость, ГПа	СКО	Модуль упругости, ГПа	СКО
Плавленый кварц	9,3	0,6	70,2	3,9
Si(100)	12,8	1,2	160,9	15,2

были получены значения твердости и модуля упругости, равные $H = 9,3 \pm 0,6$ ГПа и $E = 70,2 \pm 3,9$ ГПа во всем диапазоне глубин индентирования. Значения относительных погрешностей составили 6,3 и 5,4 %, что соответствует указанным в свидетельстве о калибровке, выписанном в РТВ.

Полученные результаты измерений H и E , исходя из построенных графиков, не изменяются в зависимости от глубины индентирования при изменениях как на образцах плавленого кварца, так и на образцах кремния с ориентацией кристаллов (100) во всем диапазоне глубин индентирования, что говорит о возможности проведения измерений твердости покрытий и слоев в диапазоне $h_c < 300$ мкм. Выполнение процедуры коррекции формы индентора по предложенному алгоритму позволило учесть отклонение геометрии индентора и закругление индентора при вершине и понизить влияние функции формы при вычислении физико-механических свойств материалов методом инструментального индентирования.

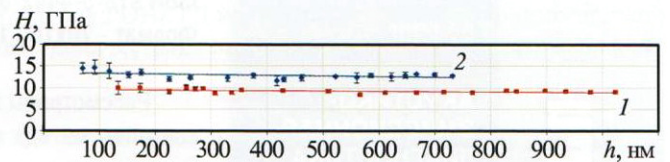


Рис. 6. Зависимость твердости от глубины индентирования:

1 – плавленый кварц; 2 – кремний

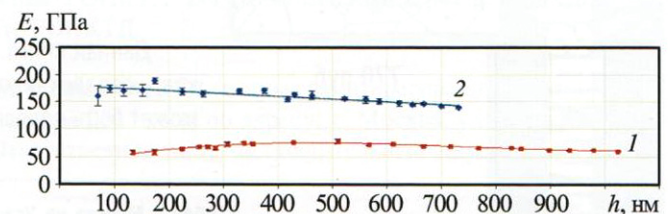


Рис. 7. Зависимость модуля упругости от глубины индентирования:

1 – плавленый кварц; 2 – кремний

Библиографический список

1. ГОСТ Р 8.748–2011 (ИСО 14577-1:2002) ГСИ. Металлы и сплавы. Измерение твердости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании. Ч. 1. Метод испытаний. М., 2011.
2. ISO 14577-1:2015. Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters. Part 1. Test method, 2015.
3. ISO 14577-2:2015. Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters. Part 2. Verification and calibration of testing machines, 2015.
4. ISO 14577-3:2015. Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters. Part 3. Calibration of reference blocks, 2015.
5. ISO 14577-4:2015. Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters. Part 4. Test method for metallic and non-metallic coatings, 2015.
6. Потапов А. И., Гоголинский К. В., Сясько В. А. и др. Методические и метрологические аспекты измерения механических свойств материалов методом инструментального индентирования // Контроль. Диагностика. № 8. 2016. С. 16 – 21.
7. Усеинов А., Кравчук К., Гоголинский К. Измерение твердости. Контроль формы наконечника // Наноиндустрия. 2013. Т. 40. № 2. С. 38 – 46.

References

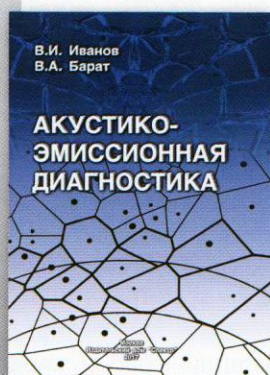
1. Metals and alloys. Measurement of hardness and other properties of materials at the tool indentation. Part 1. Test method. (2013). *Ru Standard No. GOST R 8.748–2011 (ISO 14577-1:2002) GSI*. Moscow: Standartinform. [in Russian language]
2. Metallic materials. Instrumented indentation test for hardness and materials parameters. Part 1. Test method. (2015). *International Standard No. ISO 14577-1:2015*.
3. Metallic materials. Instrumented indentation test for hardness and materials parameters. Part 2. Verification and calibration of testing machines. (2015). *International standard No. ISO 14577-2:2015*.
4. Metallic materials. Instrumented indentation test for hardness and materials parameters. Part 3. Calibration of reference blocks. (2015). *International Standard No. ISO 14577-3:2015*.
5. Metallic materials. Instrumented indentation test for hardness and materials parameters. Part 4. Test method for metallic and non-metallic coatings. (2015). *International Standard No. ISO 14577-4:2015*.
6. Potapov A. I., Gogolinskii K. V., Sias'ko V. A. et al. (2016). Methodological and metrological aspects of materials mechanical properties measurements by instrumented indentation. *Kontrol'. Diagnostika*, (8), pp. 16-21. doi: 10.14489/td.2016.08.pp.016-021 [in Russian language]
7. Useinov A., Kravchuk K., Gogolinskii K. (2013). Hardness measurement. Monitoring the tip form. *Nanoindustriia*, 40(2), pp. 38-46. [in Russian language]



Спектр
Издательский дом

Иванов В.И., Барат В.А.

АКУСТИКО-ЭМИССИОННАЯ ДИАГНОСТИКА



ISBN 978-5-4442-0126-8

Формат - 70x100 1/16, 368 страниц, год издания - 2017.

Рассмотрены вопросы диагностирования промышленных объектов с использованием метода акустической эмиссии (АЭ). Изложены основные понятия, физические основы метода, показана связь параметров АЭ с параметрами процесса развития дефектов, что обеспечивает возможность оценки степени опасности дефектов для объекта диагностирования. Показаны области использования метода АЭ, подробно рассмотрены средства АЭ-контроля, сформулированы требования к средствам контроля, описаны методы измерения их параметров.

Данная книга предназначена для научных, инженерно-технических работников, разработчиков и пользователей методик и средств АЭ-диагностирования, может быть полезна студентам, аспирантам и преподавателям вузов.

770 руб.

119048, г. Москва, ул. Усачева, д. 35, стр. 1. 000 «Издательский дом «Спектр»

Телефон отдела реализации: (495) 514-26-34. Дополнительный телефон офиса: (926) 615 17 16.

E-mail: zakaz@idspektr.ru. Http://www.idspektr.ru

www.idspektr.ru