

МЕТОДИЧЕСКИЕ И МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ ИЗМЕРЕНИЯ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МАТЕРИАЛОВ МЕТОДОМ ИНСТРУМЕНТАЛЬНОГО ИНДЕНТИРОВАНИЯ



А. И. Потапов,
д-р техн. наук, проф.
Национальный
минерально-сырьевой
университет «Горный»,
Санкт-Петербург, Россия.
E-mail: apot@mail.ru



К. В. Гоголинский,
д-р техн. наук,
ВНИИМ им. Д. И. Менделеева,
Санкт-Петербург, Россия



В. А. Сясько,
д-р техн. наук,
ООО «Константа»,
Санкт-Петербург, Россия



А. С. Уманский,
Национальный минерально-
сырьевой университет
«Горный», Санкт-Петербург,
Россия



А. В. Кондратьев,
Национальный минерально-
сырьевой университет
«Горный», Санкт-Петербург,
Россия



Рассмотрены проблемы обеспечения единства измерений механических свойств материалов на микро- и нанометровых масштабах методом инструментального индентирования, проанализированы физические принципы метода, измеряемые величины, а также источники неопределенности результатов измерений. Рассмотрены перспективы перехода от эталонных мер твердости к стандартным образцам механических свойств в целях уменьшения неопределенности измерений.

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

A. I. Potapov (National Mineral-Resource University, St. Petersburg, Russia);
K. V. Gogolinskiy (D. I. Mendeleev Institute for Metrology);
V. A. Syasko (LLC Constanta, St. Petersburg, Russia);
A. S. Umanskiy, A. V. Kondratyev
(National Mineral Resource University, St. Petersburg, Russia)

METHODOLOGICAL AND METROLOGICAL ASPECTS OF MATERIALS MECHANICAL PROPERTIES MEASUREMENTS BY INSTRUMENTED INDENTATION

This article deals with metrological assurance of materials mechanical properties measurements on micro and nanoscale by instrumented indentation method, the essence of this method and measurement quantities are described, sources of uncertainty are clarified. Sources of uncertainty are divided into three groups. Instrumental sources of uncertainty are sources connected with calibration of testing machine and its specific design features. Methodological sources of uncertainty are sources connected with features of calculation method and assumptions in the calculation procedure. And the last type of sources is connected with physical and mechanical properties of a test piece and influence of environmental conditions. The methods of uncertainty reduction are considered for each source. It is estimated the uncertainty of contact depth calculation connected with the changes in variable value which depends on indenter geometry. The advantages of changing the measures of hardness to a basic samples of mechanical properties to reduce uncertainties are discussed because of lots of independent uncertainty sources.

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

Статья поступила в редакцию 10.05.2016

Received 10.05.2016

Измерение и контроль механических свойств на масштабе от десятков микрометров до единиц нанометров представляют серьезную научно-техническую проблему. В настоящее время решение этих задач переходит из области научных исследований в сферу технологических применений.

Наибольшее развитие в этом направлении получил метод инструментального индентирования [1, 2]. В 2012 г. в РФ принят стандарт на метод измерения [3], а в 2015 г. утвержден Государственный первичный эталон твердости по шкалам Мартенса и шкалам индентирования (ГЭТ 211–2014).

В 2015 г. была выпущена новая редакция стандарта ISO [4 – 7], в которой значительно расширены указания и рекомендации к реализации метода, учету мешающих параметров, устранению погрешностей и методикам калибровки установок.

Особенности метода инструментального индентирования

В основе метода лежит непрерывное измерение нагрузки и перемещения индентора в процессе индентирования (рис. 1) и построение зависимости приложенной нагрузки от внедрения – «диаграммы нагружения» (рис. 2).

Основными величинами, измеряемыми методом инструментального индентирования, являются модуль упругости E , твердость по Мартенсу НМ и твердость индентирования H_{IT} , ГПа [4].

Приведенный модуль E_r вычисляется 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 глубине h_c , вычисляемой из соотношений:

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

$$h_c = h_{\max} - \varepsilon (h_{\max} - h_i), \quad (2a)$$

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

Модуль упругости материала E вычисляется из соотношения

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

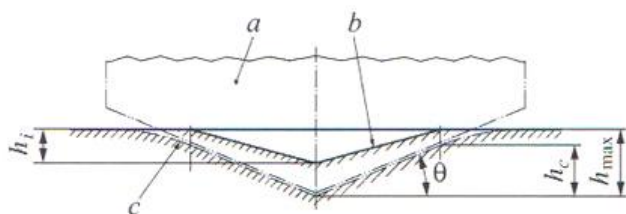


Рис. 1. Схематическое изображение процесса индентирования:

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 поверхностями испытуемого образца и индентора

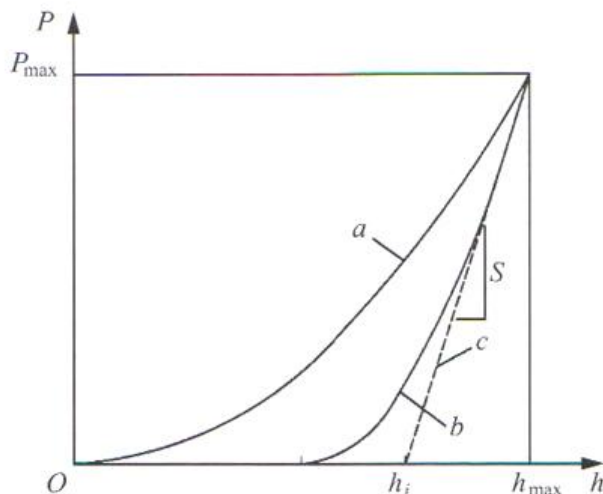


Рис. 2. Общий вид диаграммы нагрузка-внедрение:

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

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; h_c – глубина внедрения в образец с учетом прогиба исходной поверхности (2).

В дальнейшем при рассмотрении источников неопределенности речь пойдет о твердости индентирования H_{IT} как наиболее часто используемой в научной литературе и близкой к определению твердости по Виккерсу [4].

Также методом инструментального индентирования могут быть измерены ползучесть материала под нагрузкой от времени, коэффициент упругого восстановления, энергия деформации, полная энергия индентирования и т.д.

Основные источники неопределенности результатов измерений методом инструментального индентирования

Рассмотрим основные источники неопределенности результатов измерений методом инструментального индентирования, общие для величин E и H_{IT} .

Аппаратные источники неопределенности

Калибровка датчиков силы и перемещения. В большинстве датчиков нанотвердомеров измерение силы, прикладываемой к индентору, и перемещения индентора взаимосвязаны. Калибровка датчиков силы и перемещения влияет на корректное определение h_c , расчет прикладываемой силы и неопределенность, вносимую жесткостью контакта.

Податливость рамы. Несущая конструкция (рама) имеет конечную жесткость, определяемую суммарной деформацией конструкции прибора при приложении нагрузки к индентору. Податливость рамы является одним из наиболее значимых источников неопределенности измерений. Для корректного расчета глубины внедрения и контактной площади при измерении твердости значение податливости необходимо учитывать при расчете перемещения индентора (Annex C, [4]).

Способ закрепления исследуемого образца. Если жесткость конструкции может быть измерена и учтена заранее с заданной точностью, то закрепление образца может давать в каждом конкретном случае непредсказуемый вклад в неопределенность результата измерений. Для уменьшения неопределенности результата измерений следует обеспечивать перпендикулярность установки образца относительно оси прикладываемой силы с максимальным отклонением не более 1° .

Функция формы индентора. Для вычисления модуля упругости E и твердости индентирования H_{IT} функция формы $A_p(h)$ определена как зависимость площади сечения индентора, перпендикулярного к его оси, от расстояния до вершины индентора [1, 2]. Как правило, в методе 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 расстояния до вершины h . Однако при уменьшении расстояния от вершины до единиц микрометров форма инденторов начинает отклоняться от идеальной, а непосредственно к вершине вообще приближается к сферической. Характерный радиус закругления вершины инденторов, заявляемый производителями, варьируется в пределах 50...150 нм (рис. 3).

Наиболее распространенный метод определения функции формы, не требующий получения изображения индентора или его отпечатков, заключается в проведении серии измерений по методу наноиндентирования на эталонном материале (Annex C, [4]). Для реализации данного подхода важно точно знать модули упругости и коэффициенты Пуассона, а также твердость эталонного мате-

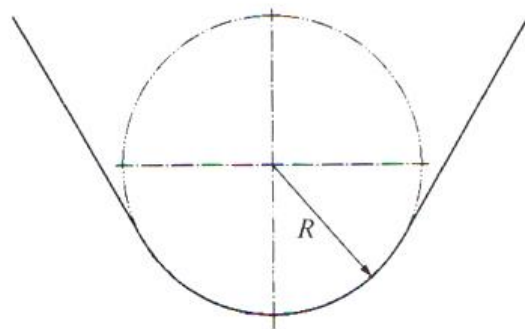


Рис. 3. Схематическое изображение вершины индентора: R – радиус скругления индентора

риала и индентора. Кроме того, должно выполняться требование изотропии, а также отсутствия зависимости твердости по глубине. Площадь проекции индентора A_p определяют по формуле

$$A_p(h_c) = \frac{\pi S^2}{4E^2}. \quad (5)$$

Таким образом, для одного измерения при определенной нагрузке получается точка на кривой $A_p(h)$. Если сделать серию таких измерений с разными нагрузками, получится экспериментальный набор точек $[h_i, A_i]$ для некоторого интервала контактной глубины внедрения индентора. Полученный набор точек описывается функцией, полученной различными методами аппроксимации.

Функция формы индентора $A_p(h)$ используется при расчете твердости H_{IT} и модуля упругости E . Для корректного учета скругления наконечника индентора важно верно определить $A_p(h)$ для уменьшения неопределенности результатов измерений на малых глубинах индентирования.

Методические составляющие неопределенности результатов измерений

На суммарную неопределенность результатов измерений влияют следующие особенности методики измерений: погрешность нахождения точки начального контакта индентора с поверхностью, от которой зависит значение максимальной глубины внедрения; влияние неидеальности формы индентора. Решения Снеддона [8, 9] верны для осесимметричных инденторов. В связи с этим для инденторов, у которых это требование не выполняется, был введен поправочный коэффициент β в формуле (1). Значение этого коэффициента у разных авторов варьируется в широких пределах: $1,0226 \leq \beta \leq 1,085$ [2].

На результат расчета параметров диаграммы нагрузка–внедрение влияет изменение коэффициента функции формы индентора ε , используемого для расчета контактной глубины h_c по формуле (2).

Влияние коэффициента функции формы ϵ на отклонение расчетных значений h_c

Материал	E , ГПа	H , ГПа	E/H	h_{max}/h_c		$\frac{h_c(\epsilon=1)}{h_c(\epsilon=0,75)}$	ϵ , %
				$\Delta = 1$	$\epsilon = 0,72$		
Поликарбонат	2,3	1,1	2,1	3,1	2,5	0,81	19
Плавленный кварц	72	8,5	8,5	1,52	1,37	0,9	10
Сапфир	400	22	18	1,24	1,17	0,95	5
Сталь 40X	210	4	52,5	1,083	1,06	0,978	2,2
Сталь 20	200	2	100	1,044	1,032	0,988	1,2
Титан BT-1	110	1	110	1,04	1,029	0,989	1,1

Эта величина связана с геометрией индентора. Ее значение вытекает из уравнений Снеддона и меняется от 1 для плоского индентора до 0,72 для конуса. Ниже приведена оценка неопределенности расчета контактной глубины, вносимой изменением коэффициента функции формы индентора вследствие отклонения геометрии индентора от идеальной.

Из анализа формул (2) и (2а), а также общего вида диаграммы нагрузка-внедрение можно сделать вывод, что поправка контактной глубины влияет тем больше, чем меньше измеряемая жесткость S контакта и максимальная глубина внедрения h_{max} . Соотношение этих параметров связано непосредственно с отношением твердости H и модуля упругости E .

Формулу (2) перепишем с учетом выражения (1):

$$h_c = h_{max} - \epsilon \frac{P_{max} \sqrt{\pi}}{2E_r \sqrt{A_p}} \tag{6}$$

С учетом выражения для твердости H_{IT} (4) перепишем это выражение в виде

$$h_c = h_{max} - \epsilon \frac{H}{E_r} \frac{\sqrt{\pi} \sqrt{A_p}}{2} \tag{7}$$

Для идеальной правильной пирамиды $A_p = kh_c^2$, тогда

$$\frac{h_{max}}{h_c} = 1 + \epsilon \frac{H}{E_r} \frac{\sqrt{\pi k}}{2} \tag{8}$$

В таблице представлены оценки относительных изменений расчетного значения h_c при постоянном h_{max} в зависимости от значения для разных материалов при изменении ϵ от 1 до 0,72. Коэффициент k равен 24,5, что соответствует модифицированному индентору Берковича. Значения E и H разных материалов взяты на основе справочных данных из различных источников. Для приведенной оценки разницей между значениями E_r и E можно пренебречь.

Таким образом, чем меньше для материала соотношение E/H , тем больше погрешность при расчете величины h_c , связанная с неидеальностью формы индентора при вершине.

Поликарбонат, сапфир и плавленный кварц, как правило, используются в качестве стандартных образцов при косвенном определении функции формы индентора, оговоренной в стандартах. Таким образом, уже при выполнении данной процедуры на плавленом кварце при глубинах внедрения ~100 нм только методическая составляющая неопределенности расчета контактной глубины может достигать 10 %, а площади контакта – 20 %.

Влияние физико-механических свойств исследуемых объектов и внешних факторов

Свойства любого материала на поверхности отличаются от свойств в объеме. Этот факт необходимо учитывать, устанавливая корреляцию между макроскопическими свойствами объекта и результатами наноиндентирования. Отличия могут быть связаны как с природой вещества, так и с загрязнением или модификацией поверхности в результате адсорбции различных веществ из окружающего воздуха, химической реакции (например, окисления), нарушения исходной структуры вещества вследствие обработки.

Анизотропия свойств. При расчете значений твердости и модуля упругости из диаграммы нагрузка-внедрение по стандартному методу (Оливера и Фара) необходимо помнить, что все расчетные формулы выведены из решений упругой задачи для взаимодействия индентора с однородным изотропным полупространством. Вследствие этого стандартный метод расчета применительно к анизотропным и сложноструктурированным материалам может давать приблизительные абсолютные значения. Это необходимо учитывать при сравнении результатов измерения, например, монокристаллов и поликристаллических структур, различных мелкодисперсных материалов.

Особенности упругопластической деформации обусловлены поведением исследуемого материала при деформациях различного вида, возникающих в процессе внедрения индентора в поверхность при механических испытаниях. Многие материалы при внедрении в них твердого наконечника образуют навалы (pile-ups) по периметру отпечатка. В частности, большими навалами характеризуются многие металлы, моно- и поликристаллические материалы. Для других материалов, напротив, при нагружении поверхность вокруг области контакта упруго прогибается (sink-in). Эти особенности упругопластического отклика материала влияют на реальную площадь контакта индентора с поверхностью, которая может отличаться от расчетной [10].

Шероховатость поверхности неизбежно сказывается на фактической площади контакта индентора с поверхностью. Для ограничения вклада шероховатости поверхности в неопределенность результата измерения (не более 5 %) рекомендовано обеспечивать глубину индентирования минимум в 20 раз больше средней арифметической шероховатости Ra (Annex E, [4]).

Термодрейф, возникающий из-за изменения размеров элементов конструкции прибора вследствие теплового расширения, необходимо учитывать при проведении измерений на микро- и нанометровых масштабах. Измерения желательно проводить в изолированном помещении с постоянной температурой (23 ± 5 °C) и влажностью (45 ± 10 %). Необходимо также иметь в виду необходимость термической стабилизации образцов после их установки (пункт 7, [4]).

Вибрации приводят к появлению шума и искажению диаграммы нагрузка-внедрение, что в свою очередь сказывается на определении точки контакта, аппроксимации разгрузочной кривой и т.п.

Переход от мер твердости к стандартным образцам свойств

В соответствии с указанным подготовка нанотвердомера к измерениям по методу инструментального индентирования требует осуществления следующих процедур: калибровки измерительных преобразователей (силы и перемещения); определения параметров элементов прибора (функции формы индентора, жесткости рамы и пр.); оптимизации алгоритмов обработки диаграммы нагрузка-внедрение (определение точки касания, аппроксимация кривой разгрузки); устранения влияния внешних факторов; тщательной подготовки образцов.

Но даже при выполнении этих условий затруднительно получить удовлетворительные результаты измерений при глубинах индентирования менее 1 мкм. Это связано с суммарным влиянием большого количества независимых источников неопределенности.

Некоторые из них можно уменьшить совершенствованием аппаратных средств, однако некоторые неустранимы в рамках существующих моделей и методов измерений и могут приводить к значительной инструментальной погрешности и, как следствие, неустранимой неопределенности по типу В.

Основной вклад в эту неопределенность дает функция формы индентора и связанный с ней коэффициент, характеризующий соотношение упругой и пластической деформации ϵ , а также коэффициент β , характеризующий асимметрию индентора. На практике окончательную верификацию параметров измерительной установки следует проводить путем измерения образцов материалов с известными свойствами. Чаще всего это плавленый кварц: аморфный однородный материал с модулем упругости $E = 72 \pm 2$ ГПа и твердостью $H = 9 \pm 0,5$ ГПа. Кроме него используют также монокристалл сапфира (Al_2O_3 , грань, перпендикулярная оси C) и поликарбонат. По этим материалам проводят определение функции формы индентора, поправочные коэффициенты β и ϵ , податливость рамы. Процедура верификации сводится к расчету параметров таким образом, чтобы результат измерений соответствовал приписанным значениям свойств этих материалов (твердости и модуля упругости) на разных нагрузках и глубинах индентирования.

Таким образом, перечисленные образцы являются не просто мерами величин, значения которых приписаны им в результате калибровки в рамках принятой поверочной схемы, а являются, по сути, стандартными образцами этих свойств в соответствии с определением [11] в силу своего химического состава и структуры. Эти свойства могут быть обеспечены технологически при производстве и измерены независимым способом. Аргументация, подтверждающая возможность перехода от мер твердости к стандартным образцам, изложена в [12].

Такой подход противоречит сложившейся практике в области измерений твердости, при которой прослеживаемость измерений обеспечивается к эталону-установке, реализующему шкалу твердости с высшей точностью. Однако именно он реализуется в настоящее время на практике при измерениях механических свойств на нанометровых масштабах (пункт 8, [4]). Развитием этого подхода могло бы быть расширение линейки подобных стандартных образцов для разных классов материалов (металлов, пластиков, твердых кристаллов и т.п.).

В целом переход в метрологическом обеспечении метода инструментального индентирования от мер твердости к стандартным образцам механических свойств позволит существенно уменьшить влияние приборных и методических погрешностей, повысить достоверность и уменьшить неопределенность результатов измерений.

Библиографический список

1. Oliver W. C., Pharr G. M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments // *J. Mater. Res.* 1992. V. 7. N 6.
2. Oliver W. C., Pharr G. M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to technology // *J. Mater. Res.* 2004. V. 19. N 1. P. 3 – 20.
3. ГОСТ Р 8.748–2011 (ИСО 14577-1:2002) ГСИ. Металлы и сплавы. Измерение твердости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании. Часть 1. Метод испытаний. М., 2011.
4. ISO 14577-1:2015. Metallic materials. Instrumented indentation test for hardness and materials parameters. Part 1. Test method, 2015.
5. ISO 14577-2:2015. Metallic materials. Instrumented indentation test for hardness and materials parameters. Part 2. Verification and calibration of testing machines, 2015.
6. ISO 14577-3:2015. Metallic materials. Instrumented indentation test for hardness and materials parameters. Part 3. Calibration of reference blocks, 2015.
7. 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.
8. Sneddon I. N. The relaxation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile. *Int. J. Engng. Sci.* 1965. N 3. P. 47 – 57.
9. Harding J. W., Sneddon I. N. The elastic stresses produced by the indentation of the plane of a semi-infinite elastic solid // *Proc. Cambridge Philos. Soc.* 1945. N 41. P. 16 – 26.
10. Усеинов С. С., Соловьев В. В., Гоголинский К. В. и др. Особенности применения метода наноиндентирования для измерения твердости на наномасштабе // *Нанотехника*. 2008. № 1(13). С. 111 – 115.
11. РМГ 29–2013 ГСИ. Метрология. Основные термины и определения. М., 2013.
12. Гоголинский К. В., Решетов В. Н., Усеинов А. С. Об унификации определения твердости и возможности перехода при ее измерении к размерным величинам // *Измерительная техника*. 2011. № 7. С. 28.

References

1. Oliver W. C., Pharr G. M. (1992). An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *J. Mater. Res.*, 7(6). doi: 10.1557/JMR.1992.1564
2. Oliver W. C., Pharr G. M. (2004). Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: advances in understanding and refinements to technology. *J. Mater. Res.*, 19(1), pp. 3 – 20. doi: 10.1557/jmr.2004.19.1.3
3. Metals and alloys. Measurement of hardness and other properties of materials at the tool indentation. Part 1: Test method. (2011). *Ru Standard No. GOST R 8.748–2011 (ISO 14577-1:2002)*. Russian Federation. Moscow. [in Russian language]
4. Metallic materials. Instrumented indentation test for hardness and materials parameters. Part 1. Test method. (2015). *International Standard No. ISO 14577-1:2015*.
5. 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*.
6. Metallic materials. Instrumented indentation test for hardness and materials parameters. Part 3. Calibration of reference blocks. (2015). *International Standard No. ISO 14577-3:2015*.
7. 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*.
8. Sneddon I. N. (1965). The relaxation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile. *Int. J. Engng. Sci.*, (3), pp. 47-57.
9. Harding J. W., Sneddon I. N. (1945). The elastic stresses produced by the indentation of the plane of a semi-infinite elastic solid. *Proc. Cambridge Philos. Soc.*, (41), pp. 16-26.
10. Useinov S. S., Solov'ev V. V., Gogolinskii K. V. et al. (2008). Features of nanoindentation method for measuring the hardness at the nanoscale. *Nanotekhnika*, 13(1), pp. 111-115.
11. Metrology. Basic terms and definitions. (2014). *State system for ensuring the uniformity of measurements No. RMG 29-2013 GSI*. Moscow: Standartinform. [in Russian language]
12. Gogolinskii K. V., Reshetov V. N., Useinov A. S. (2011). Unification of hardness and the possibility of transition when measured to dimensional quantities. *Izmeritel'naiia tekhnika*, (7), p. 28. [in Russian language]