



«Новые методы определения твёрдости материалов»

Лекция 38

Lec_38_metod_opr_tverd_3MC_LNA_19_02_2016

Факторы, влияющие на результаты измерений механических свойств методом инструментального индентирования на микро и нанометровых масштабах

**Профессор Мощенок В.И.
Доцент Лалазарова Н.А.**

Содержание



38.1. Влияние формы, шероховатости и морфологии поверхности



Список литературы



Контрольные вопросы



Задания для самостоятельной работы

38.1. Влияние формы, шероховатости и морфологии поверхности

Во всех контактных методах измерения механических свойств материалов на микро и нанометровых масштабах (инструментальное индентирование, силовая спектроскопия, картографирование механических свойств методами СЗМ)

основными измеряемыми параметрами являются сила нагружения, глубина внедрения и площадь контакта индентора с поверхностью.

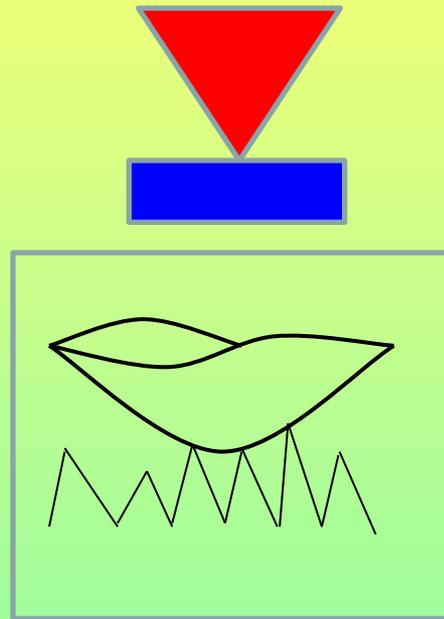
Если первые два параметра задаются или измеряются аппаратными способами, то **контактная площадь**, как правило,

вычисляется исходя из выбранной аналитической модели деформации в области контакта и априорной информации о геометрии индентора. Такой подход приводит к тому, что в реальном эксперименте площадь контакта может критически не совпадать с расчетной. Далее рассмотрены факторы, приводящие к подобного рода ошибкам.

Влияние формы, шероховатости и морфологии поверхности

Все модели, которые используются для характеристики контакта индентора с материалом предполагают наличие **единственной точки контакта острия индентора** с однородной, идеально упругой, гладкой поверхностью материала.

Для выполнения этого условия проводят подготовку исследуемой поверхности - механическую и электрохимическую полировку.



Однако в основном при проведении реальных испытаний такая подготовка невозможна.

Так как поверхность всегда имеет шероховатость, то вершина индентора находится в контакте не с одной точкой, а с несколькими выступами.

Влияние формы, шероховатости и морфологии поверхности

Так как **площадь контакта в отдельных точках мала**, то в них **возникает большое напряжение** уже в начальной стадии индентирования при малых нагрузках. Поэтому выступы деформируются уже на ранней стадии нагружения.

При этом расчетные значения площади контакта оказываются завышенными, а значения твердости будут, соответственно, занижены.

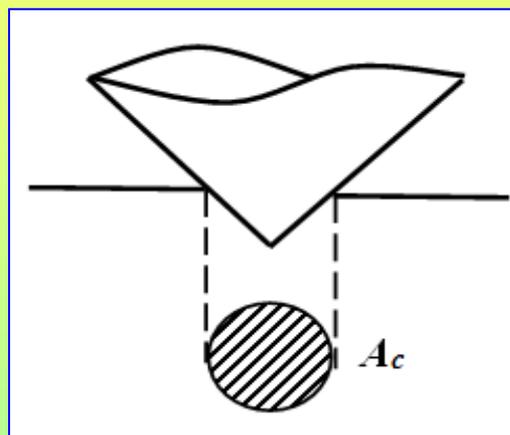
Для ограничения роли шероховатости поверхности в погрешности **результата измерения** (не более 5%) рекомендовано обеспечивать глубину индентирования как минимум в 20 раз больше R_a .

На результаты измерений может влиять **форма поверхности**. в т.ч. сферичность и локальный наклон, которые приводят к отклонению формы области контакта от модельного вида. Также влияние на результаты измерений оказывают **неоднородности поверхности, связанные со структурой материала**. Для того, чтобы уменьшить роль этих факторов необходимо проводить **контроль поверхности образца в области измерений, включающий измерение шероховатости, определение формы и морфологии поверхности, например методом зондовой сканирующей микроскопии.**

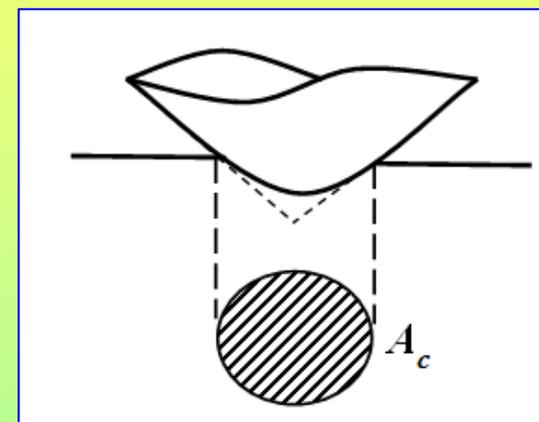
Влияние геометрии индентора

В качестве инденторов используют полусферы, конусы и пирамиды. В методе инструментального индентирования, в основном, применяются острые инденторы (конусы и пирамиды), для которых должен выполняться принцип подобия на любых глубинах внедрения.

Однако вершина любого индентора, всегда имеет какой-то **радиус закругления**.



а



б

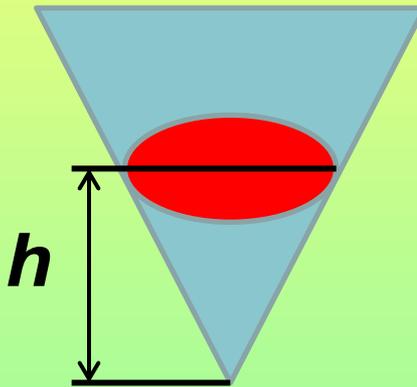
Форма индентора: а – идеальная, б- реальная

Это вызывает **ошибку при определении площади контакта** и, соответственно, механических свойств.

Определения функции формы индентора

Во всех формулах, где необходимы для расчёта параметры глубины контакта индентора и материала и используется параметр h_c , присутствует функция формы индентора.

При расчёте E и твердости индентирования H_{IT} функция формы $A(h_c)$ определяется как зависимость площади сечения индентора, перпендикулярного его оси, от расстояния до вершины индентора.



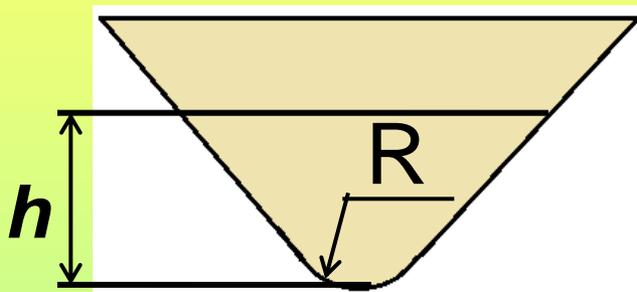
Для расчёта HM значение $A(h)$ определяется как площадь поверхности индентора, ограниченной плоскостью, перпендикулярной оси индентора на расстоянии h от вершины.

При наноиндентировании используются пирамидальные инденторы, у которых функции формы представляют собой квадратичные зависимости от расстояния до вершины h .

Определения функции формы индентора

При уменьшении расстояния от вершины форма инденторов начинает приближаться к сферической. Радиус закругления инденторов варьируется в пределах 50-150 нм. В этом случае ошибка при определении свойств определяется формой и параметрами вершины.

Определение параметров вершины производят при помощи прямых или косвенных методов.



Прямыми способами осуществляют сканирование индентора или полученного отпечатка.

Косвенные методы включают решение обратной задачи по результатам индентирования материалов с известными свойствами. На результат расчета параметров диаграммы нагрузка-внедрение влияет изменение **геометрической постоянной ε** , используемой для расчета контактной глубины h_c по формуле

$$h_c = h_{max} - \varepsilon(P_{max}/S),$$

Значение ε связано с геометрией индентора. Ее значение меняется от 1 для плоского индентора до 0,72 для конуса.

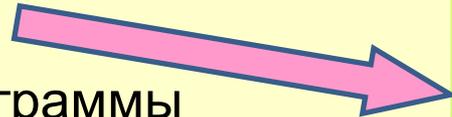
Влияние неидеальности формы индентора.

Приведём оценку неопределенности расчета контактной глубины, вносимой изменением геометрической постоянной ε вследствие отклонения геометрии индентора от идеальной:

Из анализа формул



а также общего вида диаграммы
нагружение-внедрение

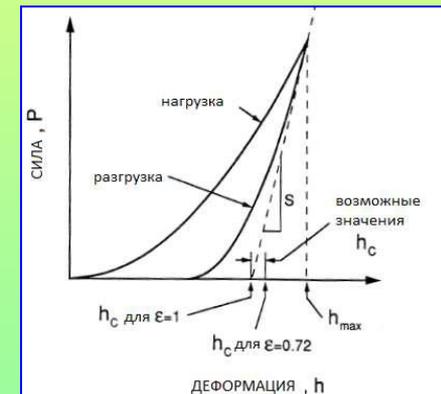


можно сделать вывод, что поправка контактной глубины, влияет тем больше, чем меньше измеряемая жесткость контакта S и меньше максимальная глубина внедрения h_{max} .



$$h_c = h_{max} - \varepsilon(P_{max}/S),$$

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



Соотношение этих параметров связано непосредственно с отношением твердости H и модуля упругости E .

Влияние геометрической постоянной ε на отклонение расчетных значений h_c

Материал	E (ГПа)	H (ГПа)	E/H	h_{max}/h_c		$\frac{h_c(\varepsilon = 1)}{h_c(\varepsilon = 0,75)}$	Δ (%)
				$\varepsilon=1$	$\varepsilon=0,72$		
Поликарбонат	2,3	1,1	2,1	3,1	2,5	0,81	19
Плавленый 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

Чем меньше для материала соотношение E/H , тем больше ошибка при расчете величины h_c , связанная с неидеальностью формы индентора при вершине.

Влияние неидеальности формы индентора

Например, поликарбонат, сапфир и плавленый кварц, как правило, используются в качестве стандартных образцов при косвенном определении функции формы индентора. Уже при выполнении процедуры калибровки, оговоренной в стандартах, на плавленом кварце только методическая ошибка измерений на глубинах ~100 нм может достигать 10%.

Если же принять во внимание влияние на таких масштабах других источников неопределенности, то достоверность данных получаемых при анализе диаграмм нагружения должна подвергаться весьма критической оценке.

Представленные результаты подтверждают необходимость комплексного подхода к измерениям механических свойств материалов контактными методами.

Для получения достоверных значений твердости и модуля упругости материала кроме диаграммы нагружения необходимо **измерять геометрические параметры восстановленного отпечатка: площадь, величину пластических навалов, наличие трещин и т.д.**

Влияние неидеальности формы индентора

Формулу жесткости S

$$h_c = h_{\max} - \varepsilon(P_{\max}/S),$$

перепишем с учетом выражения для

$$S = \frac{dP}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A}$$

Подставляя формулу для твердости H перепишем это выражение в виде:

$$h_c = h_{\max} - \varepsilon \frac{\sqrt{\pi} P_{\max}}{2E_r \sqrt{A_c}}$$

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

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

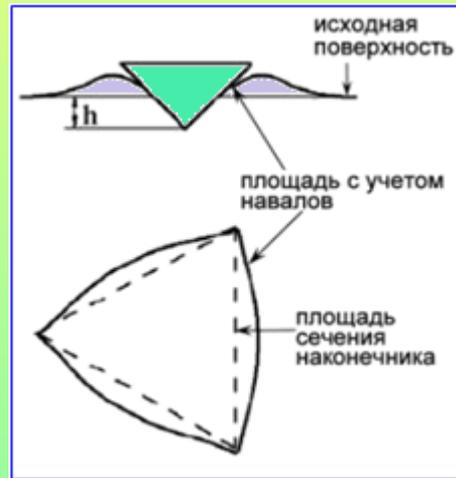
Для индентора Берковича коэффициент k равен 24,5. Чем меньше для материала соотношение E/H , тем больше ошибка при расчете величины h_c , связанная с неидеальностью формы индентора при вершине.

Для получения достоверных значений твердости и модуля упругости материала кроме диаграммы нагружения необходимо измерять геометрические параметры восстановленного отпечатка: площадь, величину пластических навалов, наличие трещин и т.д.

Влияние особенностей упруго-пластической деформации и хрупкого разрушения на результаты индентирования. Искажение формы исходной поверхности (образование пластических навалов)

При расчете контактной площади в методе инструментального индентирования по формуле $h_c = h_{max} - \varepsilon(P_{max}/S)$, предполагается, что поверхность подвергается пластической деформации непосредственно под индентором.

При этом исходная поверхность вокруг индентора деформируется только упруго. В то же время, большинство пластичных материалов,



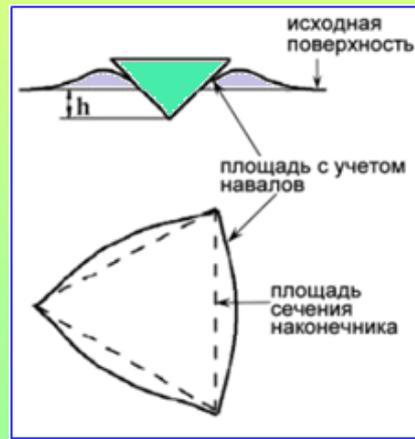
в т.ч. металлы, при внедрении в них твердого наконечника образуют по периметру отпечатка навалы, именуемые в зарубежной литературе «pile-ups».

Ошибки в площади контакта индентора с материалом, вызванные образованием навалов («pile-ups»).

Влияние особенностей упруго-пластической деформации и хрупкого разрушения на результаты индентирования. Искажение формы исходной поверхности (образование пластических навалов).

Упруго-пластическое поведение материала при индентировании в основном обусловлено отношением **модуля упругости к пределу текучести**. Если его значение велико, материал под индентором **выдавливается на поверхность с образованием навалов**, которые **увеличивают площадь контакта**.

Если это **отношение мало**, вытесняемый материал перераспределяется посредством **дальнодействующего упругого взаимодействия**, что **вызывает прогиб поверхности под индентором**.



Такой **прогиб**, вызванный упругой деформацией поверхности материала, **учитывается в методе инструментального индентирования при анализе кривой разгрузки по формуле**

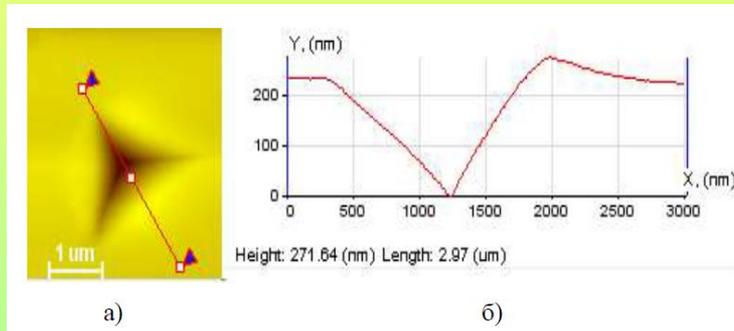
$$h_c = h_{max} - \varepsilon (P_{max}/S)$$

В то же время многочисленные попытки учесть вклад навалов в площадь проекции без непосредственного измерения размера отпечатка были успешны только для частных случаев и не привели к созданию универсальной методики.

Оценка вклада пластических навалов при индентировании.

Оценка вклада эффекта образования пластических навалов по периметру отпечатка в погрешность измерений механических свойств на микро- и нанометровых масштабах была проведена в процессе исследования механических свойств различных материалов методами инструментального индентирования и сканирующей зондовой микроскопии.

Исследовались твердые материалы с различными значениями твердости и модуля Юнга (кварц, кремний, сапфир).



Поверхность образцов подготавливалась тщательной механической полировкой с последующим травлением.

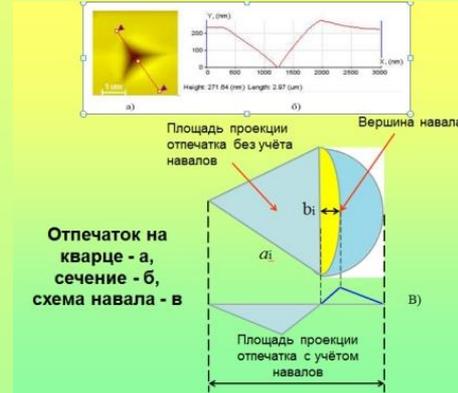
Вследствие пластической деформации поверхность образца вокруг отпечатка приподнимается, т.е. образуются навалы (pile-ups), при этом часть нагрузки при индентировании распределяется на эту область. Следовательно, для определения значения твердости, близкого к истинному, общая площадь проекции отпечатка должна включать область навалов. Получение трехмерного изображения отпечатков с помощью «НаноСкан» позволяет определить размер навалов и учесть их вклад в общую площадь контакта.

Оценка вклада пластических навалов при индентировании

Вначале по полученному СЗМ-изображению остаточного отпечатка определялась площадь проекции без учета навалов S_{OP} как площадь треугольника с вершинами, лежащими в плоскости невозмущенной поверхности (в - площадь проекции отпечатка без учёта навалов). Эта проекция принималась равной площади, рассчитанной при инструментальном индентировании в соответствии с методом Оливера и Фарра. Для расчета использована формула:

$$S_{OP} = \sqrt{P(P - a_1)(P - a_2)(P - a_3)}$$

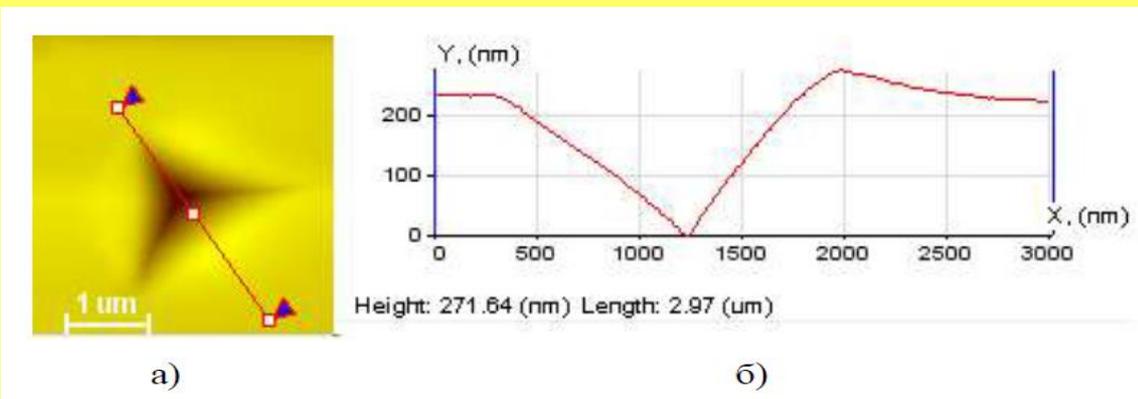
где a_i – стороны треугольника, измеряемые непосредственно, P – полупериметр треугольника.



Расчет дополнительной площади проекции области навалов S_{PU} проводился по следующему алгоритму.

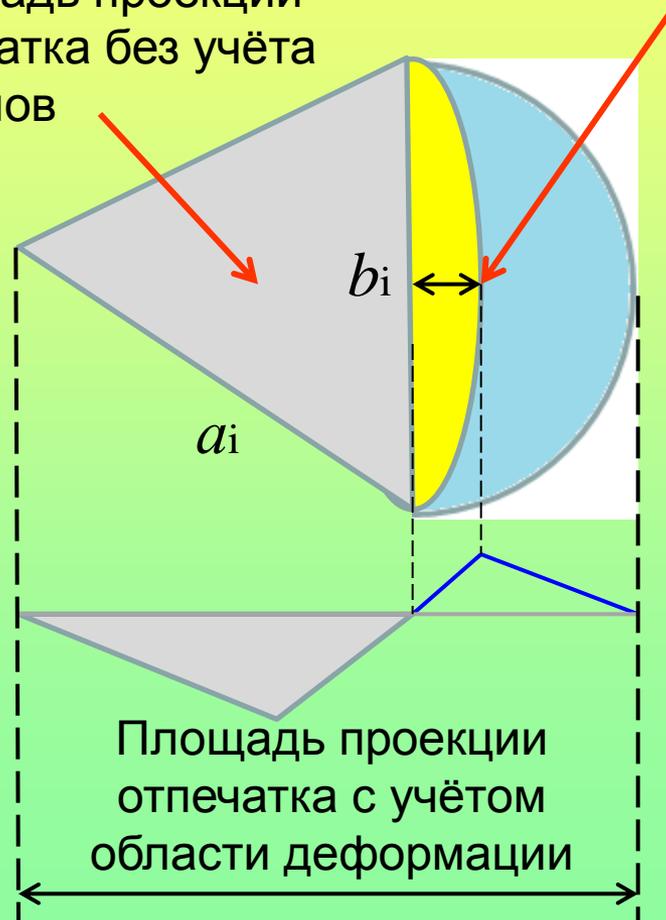
Площадь каждого из трех образовавшихся навалов аппроксимировалась полуэллипсом. Одна из осей каждого полуэллипса представляет собой сторону треугольника a_i , другая – горизонтальную проекцию отрезка между вершиной навала и серединой соответствующей стороны b_i . Полная площадь проекции отпечатка S_{AFM} определяется по формуле:

$$S_{AFM} = S_{OP} + S_{PU} = \sqrt{P(P - a_1)(P - a_2)(P - a_3)} + \sum \pi a_i b_i / 4$$



Площадь проекции
отпечатка без учёта
навалов

Вершина навала



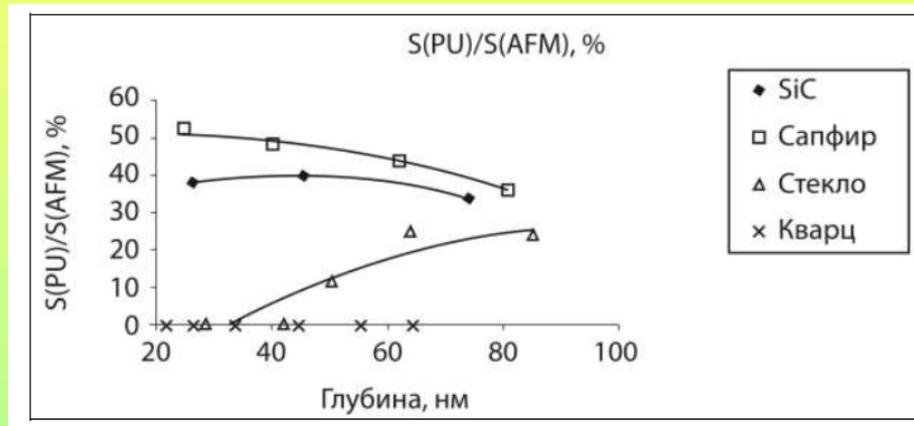
Отпечаток на
кварце - а,
сечение - б,
схема навала - в

Площадь проекции
отпечатка с учётом
области деформации

Оценка вклада пластических навалов при индентировании

Для различных материалов **доля вклада навалов** в общую площадь отпечатка различна. Для твердых кристаллов (карбида кремния и сапфира) величина S_{PU} / S_{AFM} составляет 30-50% и **возрастает при уменьшении глубины**.

Этот факт может объяснять причины «размерного эффекта» увеличения твердости в методе инструментального индентирования.



Изменение вклада площади, относящейся к пластическим навалам SPU, в общую площадь отпечатка с уменьшением глубины индентирования.

В то же время, соотношение S_{PU} / S_{AFM} растет при уменьшении глубины внедрения для сапфира и карбида кремния, и падает для стекла.

Полученные экспериментальные результаты позволили определить **поправку к твердости**, измеренной методом инструментального индентирования.

Оценка вклада пластических навалов при царапании

Были проведены исследования закономерности образования навалов по сторонам царапин в методе склерометрии. В качестве образцов были отобраны монокристаллы твердых материалов – сапфир, кремний, карбид кремния, стекло, кварц и др. Поверхности образцов подготавливались тщательной механической полировкой.

Методика измерения твердости методом склерометрии заключается в следующем: в режиме СЗМ исследуется поверхность образца и выбирается участок с минимальными наклоном и шероховатостью.

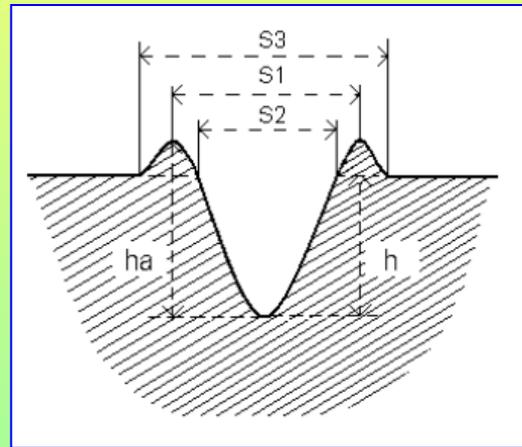
На выбранном участке той же иглой - индентором делается царапина с заданной нагрузкой. Затем тот же участок снова сканируется в режиме СЗМ.

Полученное изображение используется для определения характера деформаций и размеров царапины. Инденторы – пирамиды. Микротвердости различных материалов, определенные методами склерометрии и индентирования, имеют близкие значения в том случае, когда **наконечник при царапании не разрушает, а пластически деформирует материал**. Это соответствует случаю царапанию острым ребром индентора вперед.

Оценка вклада пластических навалов при царапании

При этом деформация имеет характер пластического выдавливания из борозды, аналогичного выдавливанию отпечатка при испытании по Виккерсу. Однако, пластическая часть общей деформации в случае склерометрии больше, чем при индентировании. При этом величина твердости H определяется как:
$$H = kP/b^2$$

Коэффициент формы индентора определяется путем измерений ширины царапины на образце с известной твердостью.



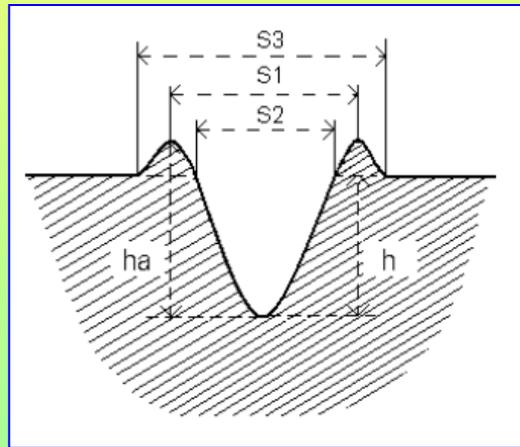
Царапание образцов осуществлялось по схеме «ребром вперед» и не сопровождалось образованием радиальных трещин. При этом наблюдалось образование навалов по обеим сторонам царапины.

В качестве ширины царапины использовались расстояния S_1 . Известно, что после снятия нагрузки происходит упругое восстановление глубины царапины, при этом расстояние между вершинами навалов (S_1) не меняется.

Оценка вклада пластических навалов при царапании

Поэтому в случае оценки ширины царапины по расстоянию S_2 ошибка в определении твердости возникает вследствие различной степени упругого восстановления у разных материалов. Ошибка в определении H при определении ширины царапины как S_3 возникает вследствие разницы в конфигурации навалов для различных веществ.

Высота навалов зависит от соотношения упругой и пластической составляющих в общей деформации.



Отношение высоты навала h_a к полной глубине царапины h зависит от реологического фактора $X = E \operatorname{ctg} \theta / \sigma_{0,2}$, где E – модуль Юнга, $\sigma_{0,2}$ – предел текучести, θ – половинный угол раствора индентора.

При царапании индентором Берковича по схеме «ребром вперед» отношение h_a/h в случае упруго–пластического взаимодействия определяется следующим соотношением:

$$h_a/h = 0.25339 \ln X + 0.5017$$

Оценка вклада пластических навалов при царапании

Образование навалов различной конфигурации для образцов с различным значением X

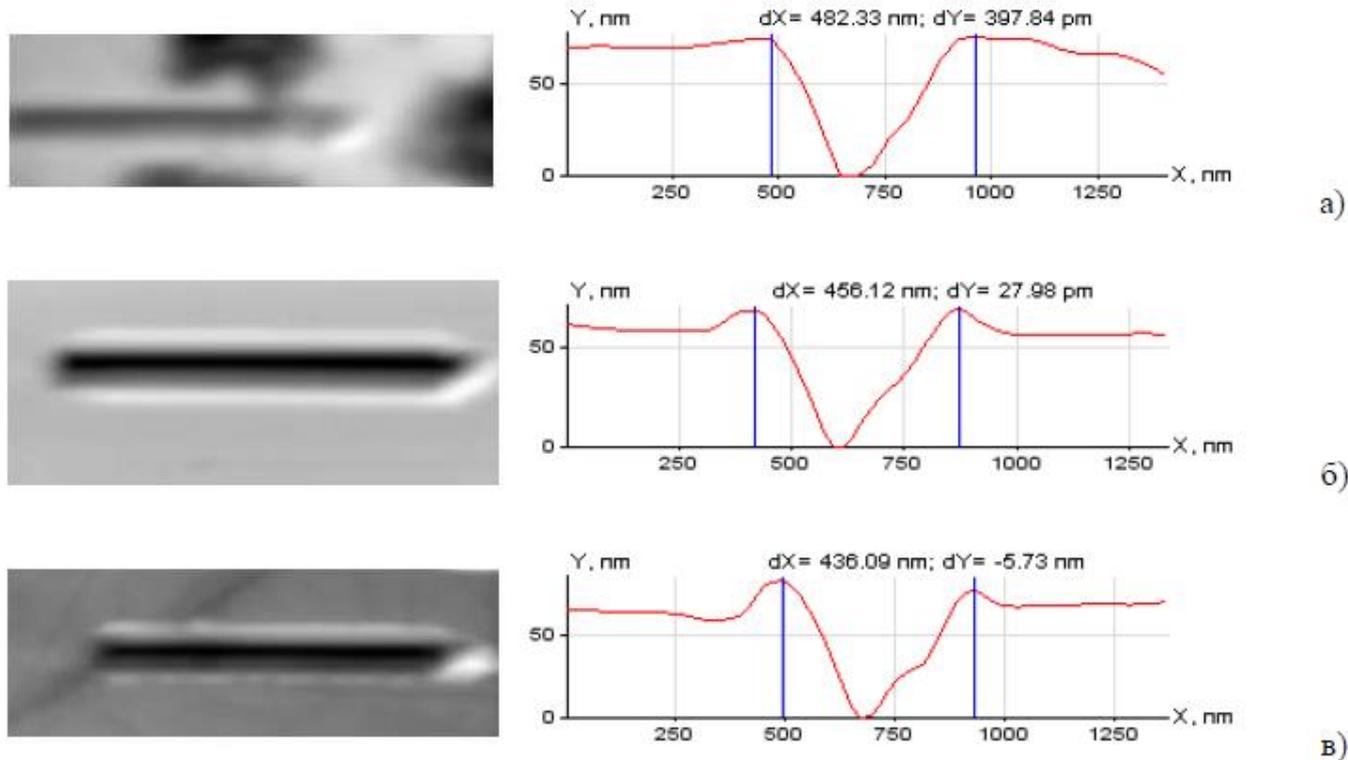


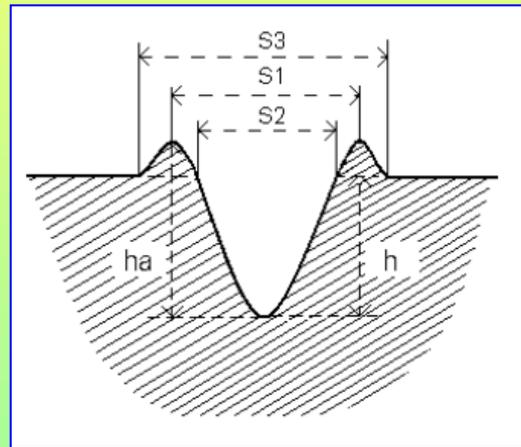
Рисунок 26 - Царапины и их поперечные сечения на образцах с различными значениями X :

а) кварц, $X=9,5$; нагрузка $P =$ мН; б) стекло, $X=10,4$; нагрузка $P =$ мН в) рубин, $X=22,6$; нагрузка $P =$ мН

Оценка вклада пластических навалов при царапании

Поэтому в случае оценки ширины царапины по расстоянию S_2 ошибка в определении твердости возникает вследствие различной степени упругого восстановления у разных материалов. Ошибка в определении H при определении ширины царапины как S_3 возникает вследствие разницы в конфигурации навалов для различных веществ.

Высота навалов зависит от соотношения упругой и пластической частей в общей деформации.



Отношение высоты навала h_a к полной глубине царапины h зависит от реологического фактора $X = E \operatorname{ctg} \theta / \sigma_{0,2}$, где E – модуль Юнга, $\sigma_{0,2}$ – предел текучести, θ – половинный угол раствора индентора.

При царапании индентором Берковича по схеме «ребром вперед» отношение h_a/h в случае упруго–пластического взаимодействия определяется следующим соотношением:

$$h_a/h = 0.25339 \ln X + 0.5017$$

Список литературы к лекции 38

1) Галанов Б.А., Мильман Ю.В., Чугунова С.И. и др., Исследование механических свойств высокотвердых материалов методом индентирования // Сверхтвердые материалы. 1999.-№ 3. С. 25 – 38.

2) Гоголинский К.В., Львова Н.А., Усеинов А.С. Применение сканирующих зондовых микроскопов и нанотвердомеров для измерения механических свойств твердых материалов на наноуровне (обобщающая статья) // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. - 2007. - Т.73. - №6. – С. 28–36.

3) Усеинов С.С., Соловьев В.В., Гоголинский К.В. и др., Особенности применения метода наноиндентирования для измерения твердости на наномасштабе //Нанотехника, №1(13). - 2008. - С.111-115.

4) Г.С. Золотникова, В.В. Соловьев, К.В. Гоголинский. А С. Усеинов Исследование влияния различных источников на суммарную погрешность измерения твердости методом измерительного индентирования // Измерительная техника. - 2013. - №2. - С. 32-36.



Контрольные вопросы

1) Что такое нанотехнологии?

2) Что такое инструментальное индентирование?

3) В чём суть методики Оливера и Фарра?

4) В чём достоинства и недостатки методики инструментального индентирования?

Задания для самостоятельной работы

1. Приборы для оценки нанотвёрдости.

2. Виды датчиков, которые используются в нанотвердомерах.



Кафедра технології металлов и матеріалознавства

Лалазарова Наталиа Алексеевна

E-mail: lalaz1991@mail.ru

г. Харьков, ул. Петровского, 25, ХНАДУ, КАФЕДРА ТМ и М

Tel.(8-057)707-37-92

