



«Новые методы определения твёрдости материалов»

Лекция 39

Lec_39_metod_opr_tverd_3MC_LNA_04_03_2016

**Основные источники
погрешностей в
наноиндентировании**

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

Содержание



**39.1. Основные источники погрешностей в
наноиндентировании**



39.2. Основы техники наноиндентирования.



Список литературы



Контрольные вопросы



Задания для самостоятельной работы

39.1. Основные источники погрешностей в наноиндентировании

Выбор начала отсчета по смещению и нагрузке. В идеальном случае отсчет глубины отпечатка должен начинаться от поверхности образца. Во всех современных приборах для измерения нанотвердости процесс поиска поверхности образца и фиксация момента контакта индентора с ней автоматизированы.

Тепловой дрейф. При тестировании материалов методами NI обычно наблюдается несколько видов дрейфов,

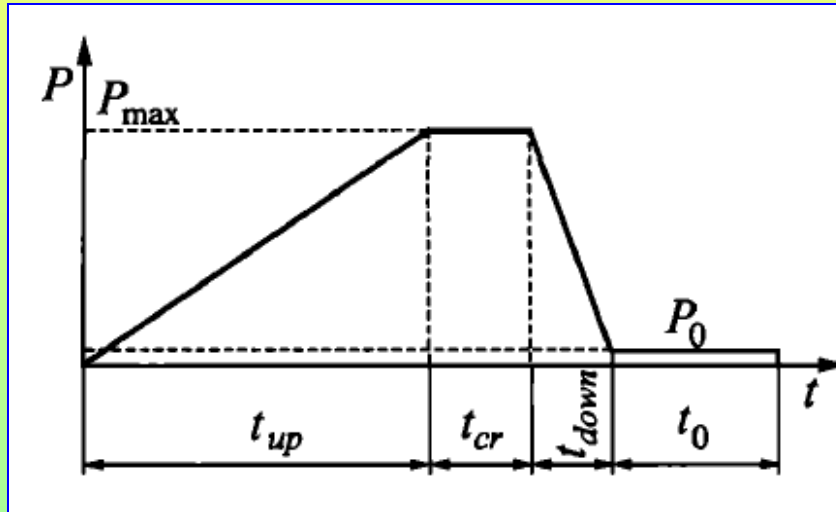
связанных как со свойствами самого испытуемого материала, так и с особенностями функционирования инструмента.

Одной из естественных и неустраняемых причин является ползучесть самого материала под нагрузкой или, напротив, частичное вязкоупругое восстановление отпечатка в процессе разгрузки.

Основные источники погрешностей в наноиндентировании

Внешними причинами возможного изменения показаний датчика смещения при неизменной нагрузке является деформация элементов конструкции нанотестера вследствие теплового расширения.

Такой «тепловой дрейф» не связан со свойствами материала,



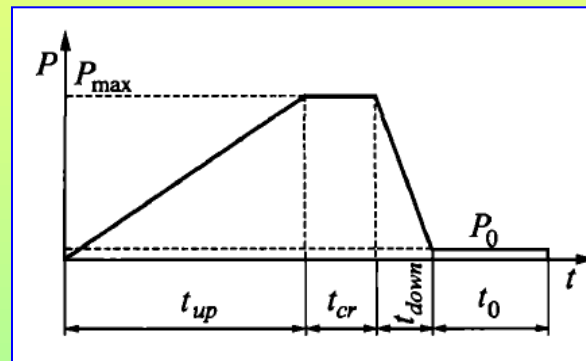
но способен изменить регистрируемую прибором величину h в сторону как увеличения, так и уменьшения.

Для коррекции теплового дрейфа в современных нанотестерах предусматривается специальный режим нагружения, включающий в себя выдержку индентора в течение длительного времени под постоянной нагрузкой на уровне 5 ... 10% от P_{max} .

Основные источники погрешностей в наноиндентировании

Обычно первая четверть этого периода исключается из рассмотрения (чтобы успели сработать релаксационные механизмы, не связанные с тепловым дрейфом), а по оставшимся данным определяется средняя скорость изменения h (в нм/с).

Это позволяет внести поправку на тепловой дрейф для всех точек P - h -диаграммы,



что порой существенно изменяет ее первоначальный вид.

Такой способ коррекции теплового дрейфа получил широкое распространения, хотя и является косвенным.

В наноиндентометрах фирмы MTS (США) нагружение начинается не сразу после касания образца индентором, а после установления скорости дрейфа ниже заданного в протоколе испытания, т.е. прибор выжидает наиболее благоприятный момент для начала испытания, что иногда требует нескольких минут.

Основные источники погрешностей в наноиндентировании

Конечная жесткость силового контура. При нагружении образца происходит не только погружение индентора в образец, но и упругое изменение конфигурации отдельных элементов конструкции прибора: силовой рамы, подвижного штока, самого индентора.

В результате датчик перемещений измеряет не глубину погружения индентора в образец,



а сумму изменений размеров всех названных выше компонентов прибора, включая и сам образец. Чтобы получить искомую глубину отпечатка, необходимо из показаний датчика вычесть все паразитные деформации

(упругий прогиб поверхности образца под нагрузкой учитывается при обработке "сырых" данных по методу Оливера и Фарра). Обычно деформации силовой рамы прибора невелики, но при испытании твердых материалов они способны существенно исказить результаты

Основные источники погрешностей в наноиндентировании

Размерный эффект в твердости. Indentation Size Effect (ISE) проявляется в зависимости числа твердости от размеров отпечатка. В подавляющем большинстве однородных материалов твердость растет с уменьшением глубины отпечатка, хотя в наномасштабе возможно и обратное явление.

В вопросе о природе и механизмах ISE полной ясности и согласия нет до сих пор. В литературе обсуждалось более десятка возможных причин его проявления.

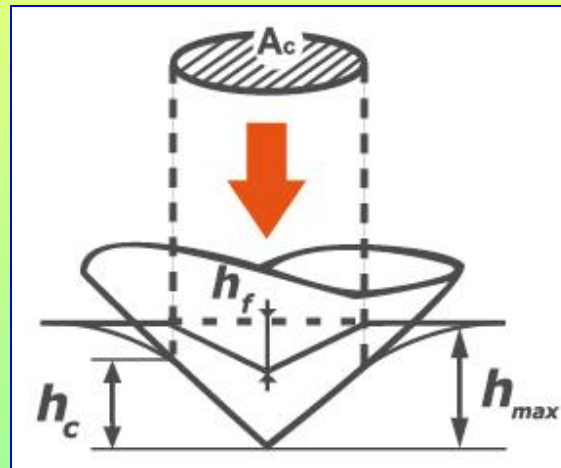
Следует различать **две принципиально отличные группы причин ISE**. **Первая** обусловлена объективно происходящими **изменениями физической природы деформации при уменьшении размеров отпечатка**.

Вторая группа имеет чисто методическое происхождение, ее результаты желательно свести к минимуму. Обычно для этого достаточно учесть несовершенство формы индентора и влияние навалов и прогибов.

Основные источники погрешностей в наноиндентировании

Остаточные внутренние напряжения. Все процедуры анализа экспериментальных данных в наноиндентировании предполагают отсутствие в тестируемом материале каких-либо механических напряжений.

Однако во многих случаях (зачастую в процессе приготовления образца) такие напряжения вносятся извне и присутствуют во время теста, искажая конечный результат индентирования.



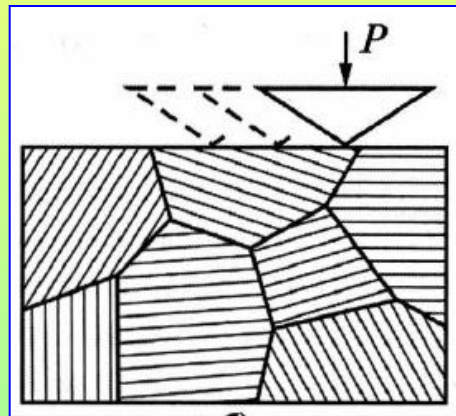
Оценить уровень и знак внутренних напряжений можно, например, по изменению формы

и высоты навалов по контуру отпечатка или используя в качестве критерия размер медианных трещин, генерируемых при внедрении в хрупкие материалы острого индентора.

Основные источники погрешностей в наноиндентировании

Неоднородность тестируемой поверхности. Для устранения градиента свойств по глубине, возникающего при механическом шлифовании и полировании образца, рекомендуется применять

химическую и электрохимическую полировку его поверхности перед тестом на твердость либо использовать абразив с зерном, меньшим предельно ожидаемой глубины отпечатка в тесте.



Неоднородности в плоскости образца (различные фазы сплава, композита, разориентированные зерна однофазных материалов и т.п.)

могут быть предметом и целью исследования методом наноиндентирования при условии, что их размеры существенно больше размеров отпечатка. В противном случае результаты измерений будут усредняться, а разброс данных может значительно возрасти.

Основные источники погрешностей в наноиндентировании

Вибрационные помехи. Ввиду высокой чувствительности тракта измерения перемещение индентора и низкой собственной частоты его подвески наноиндентометры подвержены более сильному влиянию вибрационных и акустических помех, чем сканирующие зондовые микроскопы.

Наиболее трудноустраняемые помехи возникают со стороны вибраций при автоматическом поиске поверхности и определении ее положения.

Для защиты от вибраций здания приборы устанавливают на **вибропоглощающие подставки или специальные виброзащитные столы.**

Все средства виброзащиты можно разделить на **пассивные и активные.** В простейшем исполнении виброзащитный стол может представлять собой оптимально задемпфированный пружинный подвес или последовательную цепочку механических фильтров нижних частот, состоящих из массивных, упругих и демпфирующих элементов.

Основные источники погрешностей в наноиндентировании

Наиболее эффективны устройства, использующие так называемую "отрицательную жесткость" предварительно напряженных плоских пружин.

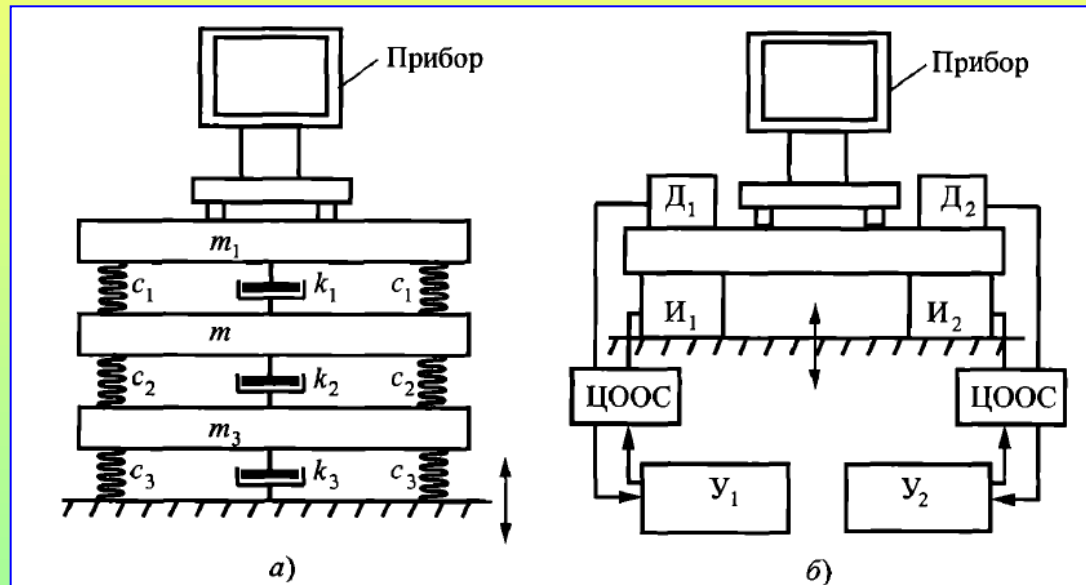


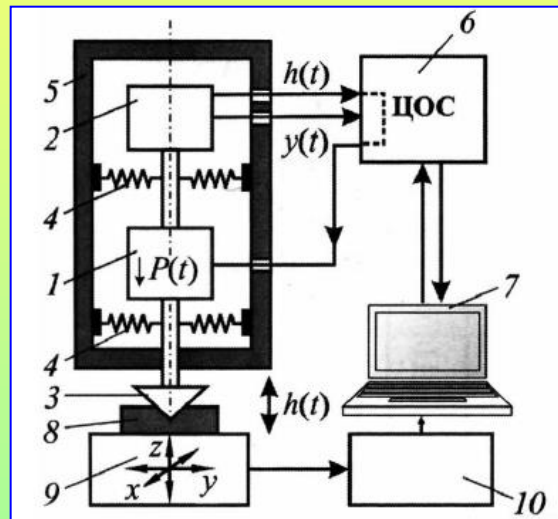
Рис. 1.53. Два принципа виброзащиты высокочувствительной аппаратуры:

а – пассивная защита с помощью упруговязких и инерционных элементов (c , k и m – соответственно жесткость, вязкость и масса отдельных элементов); *б* – активная защита посредством парирования входящих возмущений исполнительными органами, расположенными в опорных подушках, которые получают сигнал от датчиков перемещений, установленных на защищаемой опоре [$Д$ – датчик перемещения (скорости, ускорения); $И$ – исполнительный орган (например, пьезокристалл или магнитостриктор); ЦООС – цепи отрицательной обратной связи; $У$ – усилители]

39.2. Основы техники наноиндентирования

Приборы для наноиндентирования принципиально устроены сходным образом и обычно называются наноиндентометрами (или нанотестерами при большом числе функций). Они содержат силовую ячейку 1 и прецизионный датчик 2 для регистрации перемещения алмазного индентора 3, подвешенного на мягких пружинах 4,

которые конструктивно объединены в одну измерительную головку 5; контроллерный блок 6 и компьютер 7



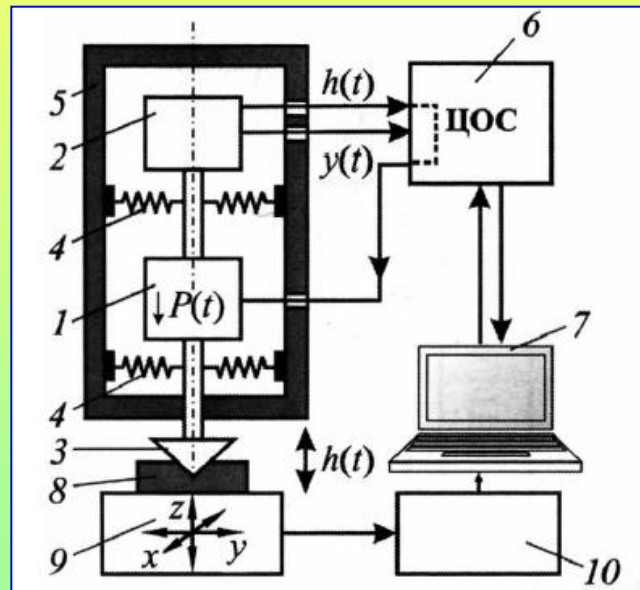
с пакетом программ для управления всеми рабочими циклами прибора, сбора, обработки и хранения данных.

Принципиальные схемы устройства наноиндентометра: 1 - силовая ячейка; 2 - датчик регистрации перемещения подвижного штока с индентором 3; 4- пружины подвески штока; 5- корпус измерительной головки; 6- блок контроллера; 7- компьютер; 8- образец; 9- предметный столик; 10- контроллер столика

Основы техники наноиндентирования

Для выбора места укола служит оптический микроскоп (на рисунке не показан), а для позиционирования и перемещения образца 8 - двух- или трехкоординатный столик 9, управляемый компьютером через свой контроллер.

Наличие моторизованного столика позволяет существенно расширить набор опций,



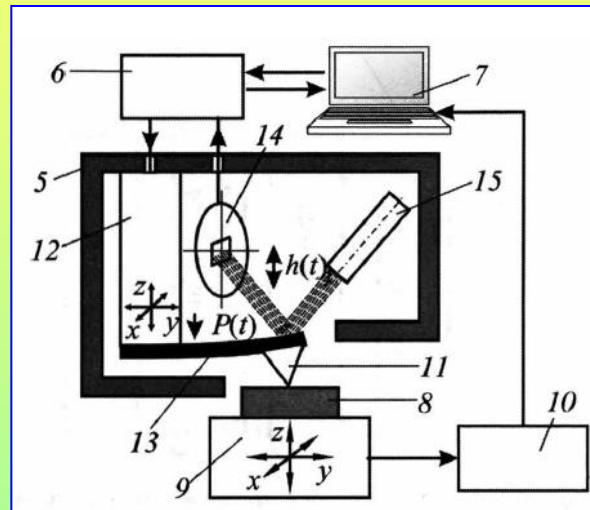
в частности осуществлять автоматизированное картирование механических свойств поверхности, измерять коэффициент трения, регистрировать микропрофиль вдоль заданной траектории.

Приборы с таким большим набором функций зачастую и называют универсальными нанотестерами.

Основы техники наноиндентирования

Набор узлов, их функции и взаимосвязи в наноиндентометрах и сканирующих зондовых микроскопах, в частности в атомно-силовых микроскопах (АСМ), аналогичны, да и развивались они практически параллельно и одновременно. Разрешение тракта измерения перемещения зонда в них также сопоставимо и может составлять сотые доли нанометра.

Поэтому зачастую их **объединяют в одном комплексе или даже в одной головке**, что позволяет расширить возможности зондовых методов



и сделать их одними из наиболее востребованных в современных нанотехнологиях.

Принципиальная схема устройства атомно-силового микроскопа: 5 - корпус измерительной головки; 6 - блок контроллера; 7- компьютер; 8- образец; 9- предметный столик; 10- контроллер столика; 11- зонд; 12- пьезоэлектрический актуатор; 13- консольная микробалочка (кантилевер); 14 - четырехконный фотоприемник-регистратор перемещений зонда; 15- лазер; ЦОС- цепи обратной связи между датчиком и силовым приводом

Основы техники наноиндентирования

Атомно-силовая микроскопия применяется в физических исследованиях и наноматериаловедении в целях:

1) характеристики исходной поверхности с разрешением вплоть до атомного (морфология, текстура, шероховатость, фазовый состав и др.);

2) измерения силы трения в атомной и наношкалах;

3) оценки твердости, упругости, закономерностей и механизмов пластической деформации в наношкале;

4) визуализации следов износа, царапин, коррозионных повреждений;

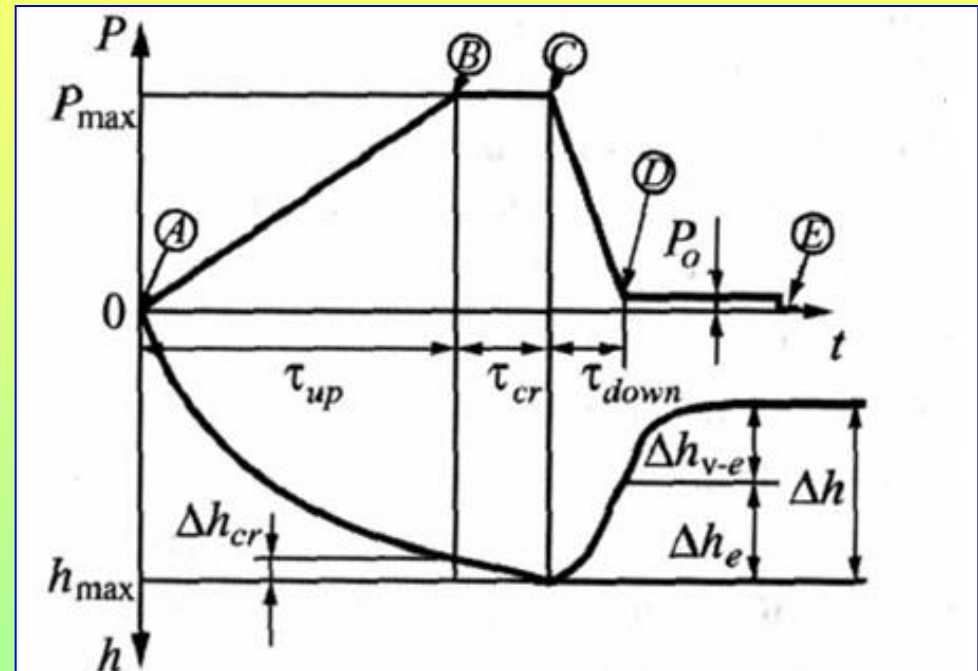
5) измерения толщины твердых и жидких смазывающих пленок в диапазоне от монослоя до нескольких нанометров;

6) моделирования повреждений структуры и износа на уровне от атомарного до дискретного контактного пятна нанометровых размеров.

Основы техники наноиндентирования

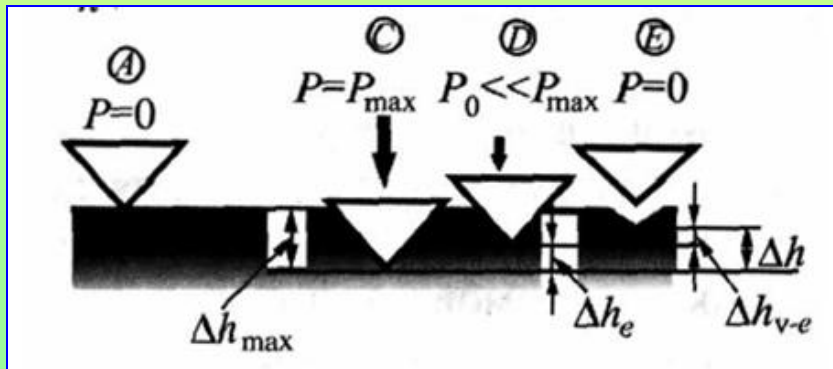
В настоящее время технологии наноиндентирования объединяют возможности АСМ и традиционного индентирования, перенося их в нанобласть, и не требуют при этом визуализации следов контакта.

Исторически первый, он же основной режим работы наноиндентометров, реализуется путем внедрения геометрически аттестованного индентора



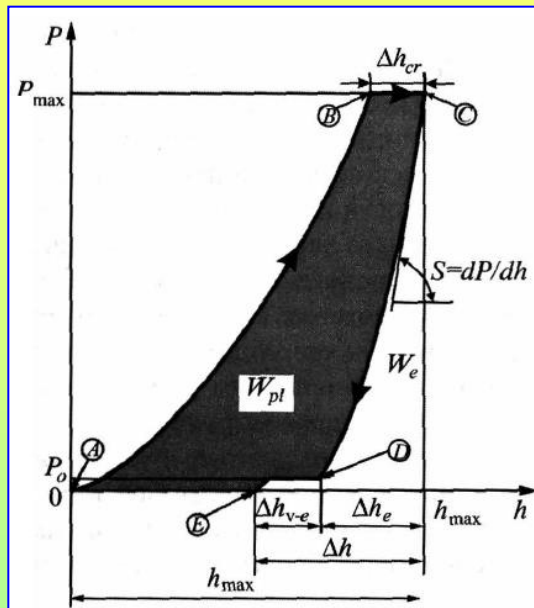
Способ представления данных, полученных методом нормального наноиндентирования: в виде кинетических кривых $F(t)$ и $h(t)$;

под действием заданного профиля нормальной силы $F(t)$ и одновременной регистрации глубины погружения его в материал $h(t)$.

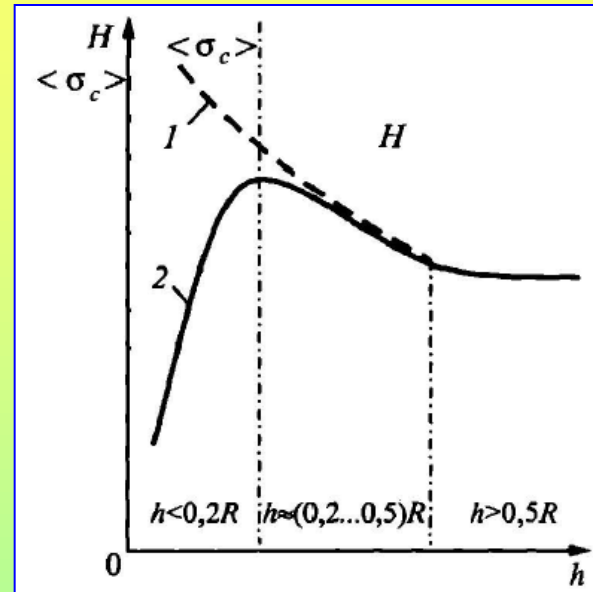


Основы техники наноиндентирования

Чаще данные перестраивают в виде зависимости $F=f(h)$, которая является аналогом диаграммы $\sigma_B=f(\varepsilon)$ ("напряжение - относительная деформация") в традиционных макроиспытаниях.



Способ представления данных, полученных методом нормального наноиндентирования: в виде $F-h$ -диаграммы (сила-деформация);



Способ представления данных, полученных методом нормального наноиндентирования: в виде зависимости твердости по Мейеру H (среднего контактного напряжения $\langle \sigma_c \rangle$) от глубины отпечатка; 1 - без учета притупления вершины индентора; 2 - с учетом сферического притупления радиусом R .

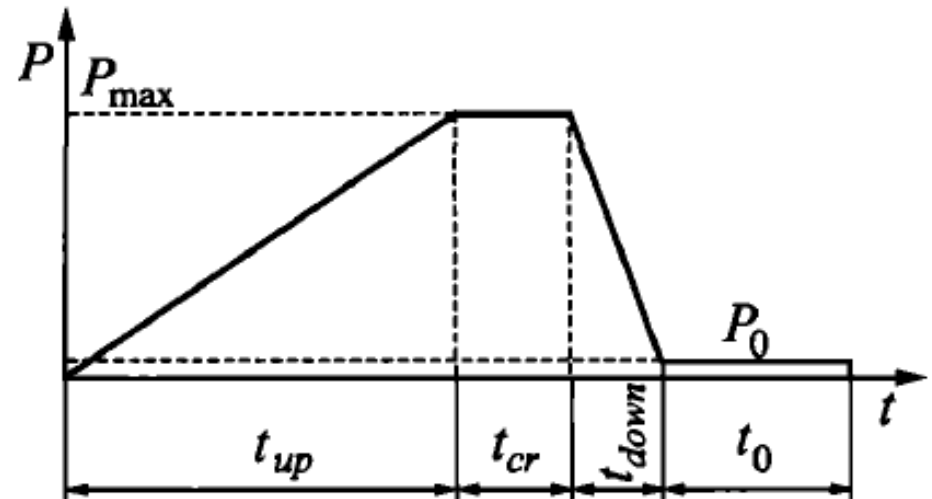
В некоторых случаях данные представляют как зависимость средних контактных напряжений $\langle \sigma_c \rangle$ от h ($\langle \sigma_c \rangle = H$ в области больших F).

Основы техники наноиндентирования

Для наноиндентирования чаще всего используют трапецеидальный профиль силы, составленный из сегментов линейного роста нагрузки с заданной постоянной скоростью dP/dt , выдержки при максимальном значении силы P_{max} ; разгрузки и выдержки при небольшом остаточном значении силы P_0 (для контроля дрейфа установки или упругого последействия тестируемого материала).

Типовой трапецеидальный импульс нагружения:

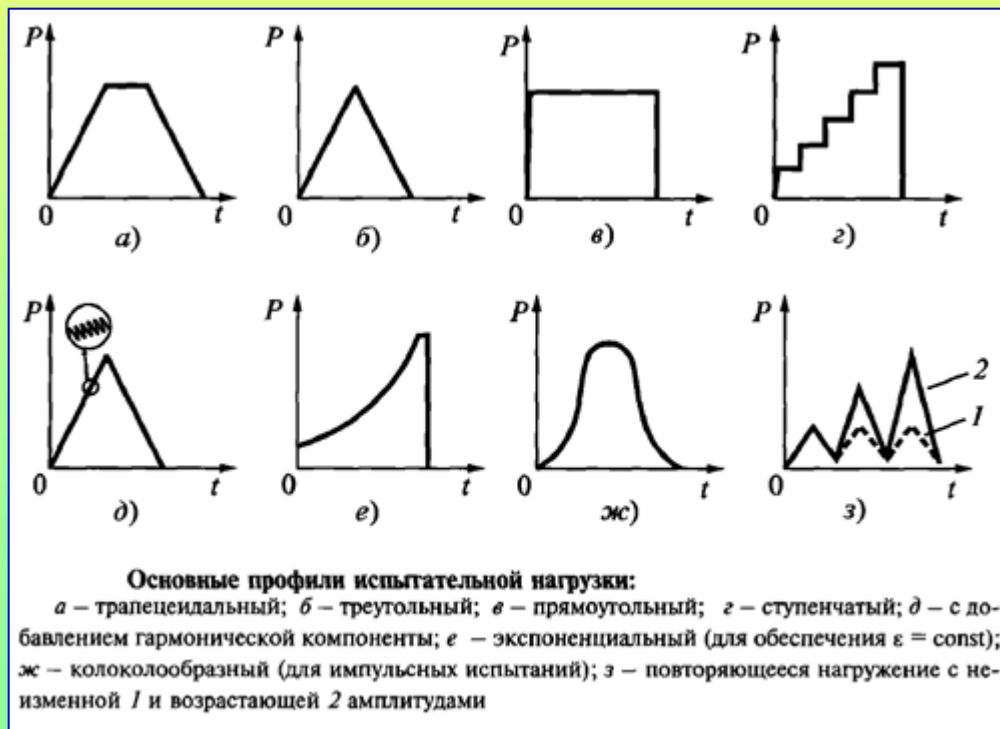
t_{up} — линейное нарастание нагрузки от 0 до некоторой максимальной величины P_{max} ; t_{cr} — выдержка при неизменном значении P_{max} (для исследования ползучести); t_{down} — линейный спад нагрузки до 5...10 % от P_{max} ; t_0 — выдержка при неизменном значении P_0 (для исследования кинетики восстановления глубины отпечатка после разгрузки, для коррекции на тепловой дрейф и др.)



Основы техники nanoиндентирования

Наряду с однократной нормальной нагрузкой трапецеидальной, треугольной, прямоугольной или ступенчатой формы используют профили, модулированные гармонической или полигармонической компонентой малой амплитуды, многоцикловое нагружение, приложение силы при неизменной или нарастающей нормальной нагрузке.

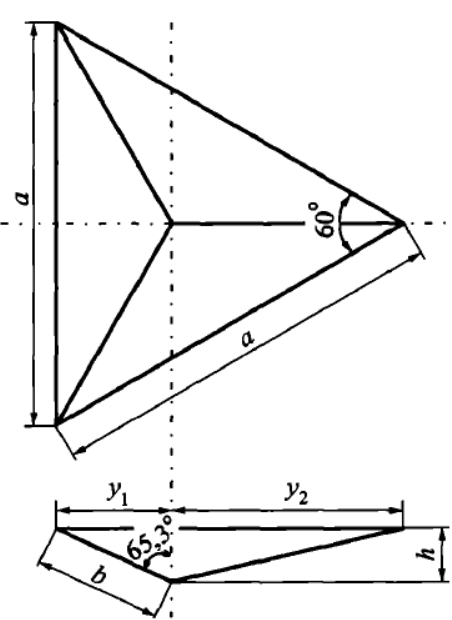
Это позволяет реализовать широкую гамму методов испытаний: от однократных статических до многократных динамических, от ползучести до усталости, от релаксации напряжений до упругого последствия и восстановления деформации в отпечатке после разгрузки.



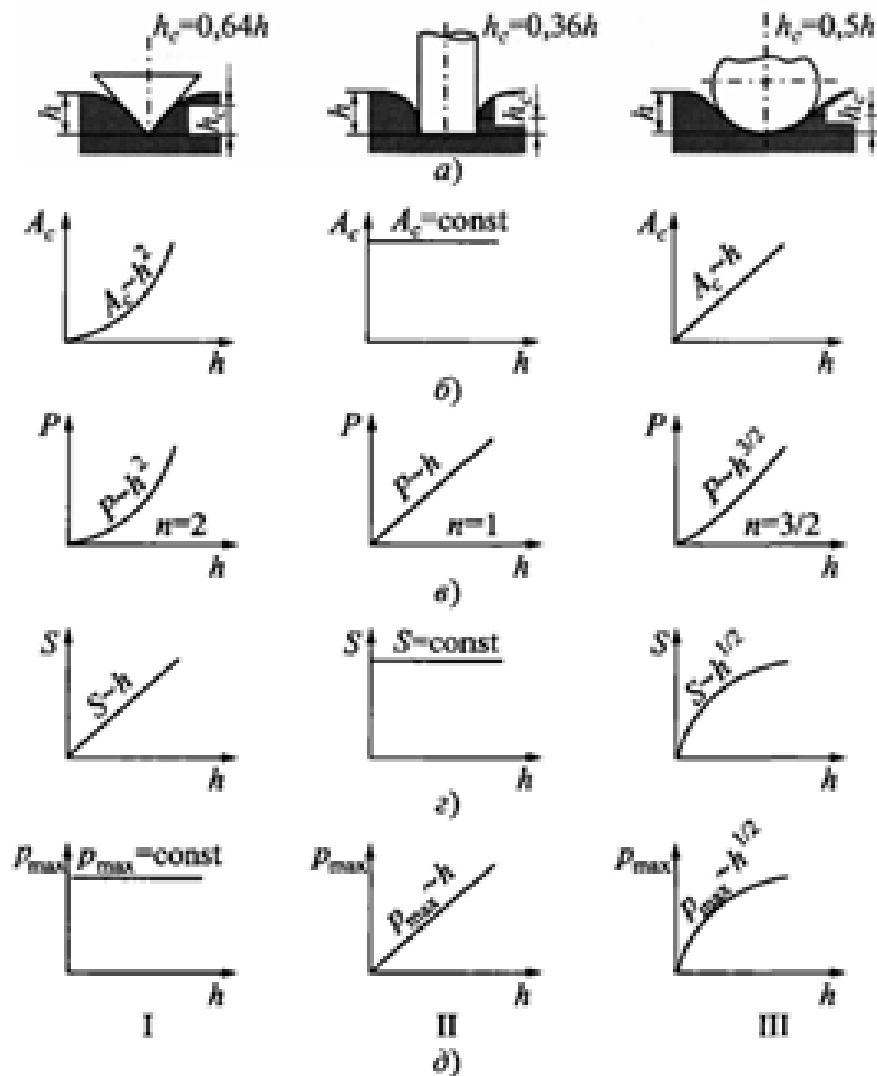
Основы техники наноиндентирования

В технике НИ используют инденторы различной формы: в виде конуса (пирамиды), цилиндра с плоским торцом, сферы. Каждый из них характеризуется своими особенностями при внедрении в материал, достоинствами и недостатками.

Наиболее часто используют трехгранный пирамидальный индентор Берковича. Он позволяет избежать проблемы сведения четырех граней в одну точку, свойственной инденторам Виккерса, и получить радиус закругления вершины < 30 нм. Угол при вершине в пирамиде Берковича ($\theta = 65,3^\circ$) принят из условия равенства площадей

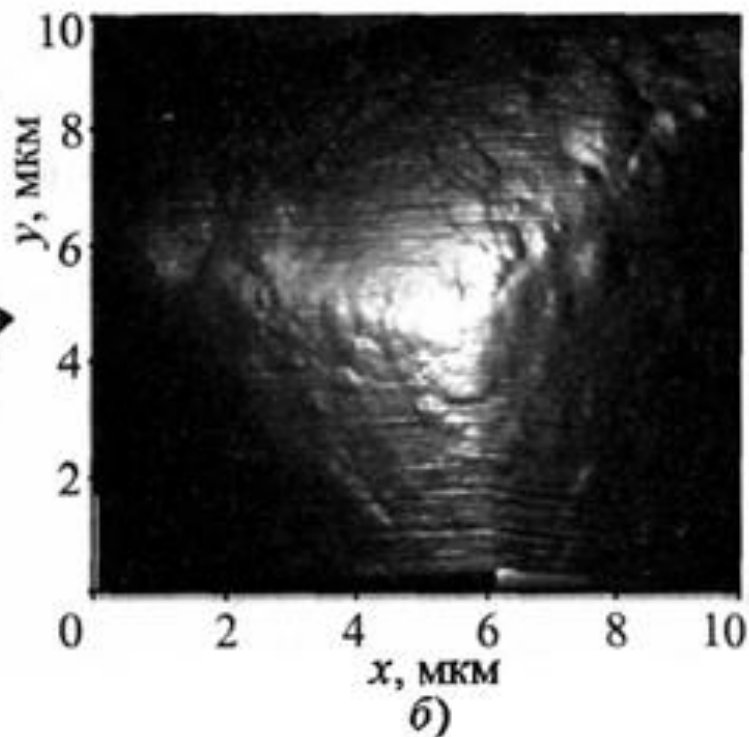
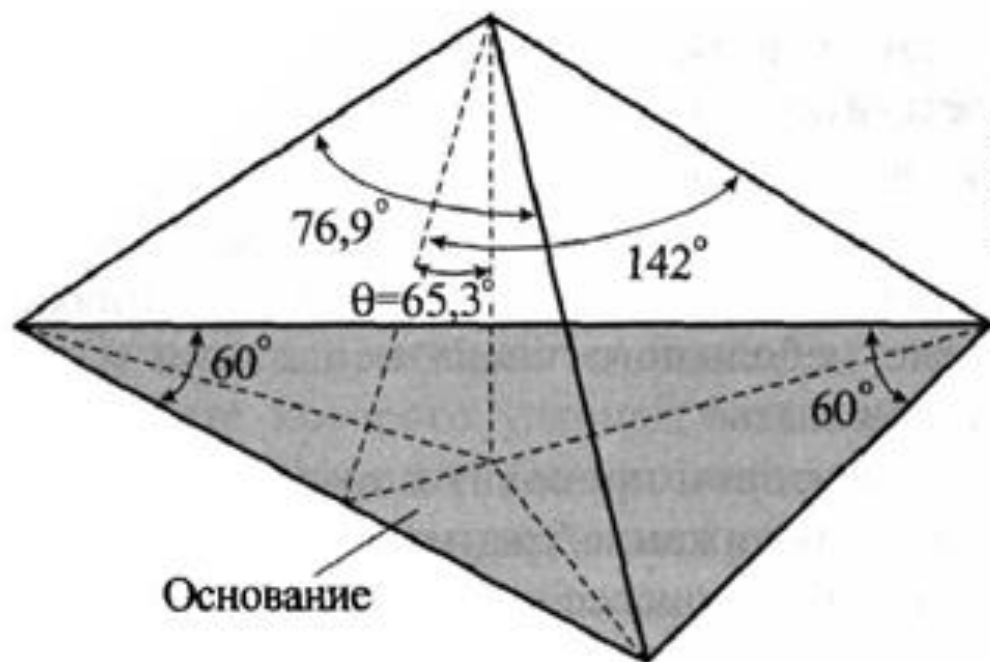
Название индентора	Форма	Геометрические соотношения
Берковича		$b = \frac{a}{2\sqrt{3} \cdot \sin 65,3^\circ} = 0,3178 a;$ $h = \frac{a}{2\sqrt{3}} \cdot \operatorname{ctg} 65,3^\circ = 0,1328 a;$ $y_1 = \frac{a}{2} \operatorname{tg} 30^\circ = \frac{a\sqrt{3}}{6} = 0,2887 a;$ $y_2 = \operatorname{ctg} 30^\circ = \frac{a\sqrt{3}}{3} = 0,5774 a;$ <p>площадь проекции $A_c = 24,56 h^2;$</p> <p>площадь поверхности $A = 27,05 h^2;$</p> <p>эквивалентный угол конуса $\theta_{eq} = 70,32^\circ;$</p> $\frac{A_c}{A} = 0,9079$

отпечатков с идеальной четырехгранной пирамидой Виккерса при равенстве глубин их погружения в исследуемый материал.



Схемы локального деформирования поверхности тремя видами инденторов с идеальной геометрией:

I – острым конусом или пирамидой; II – плоским цилиндром; III – сферой; a – сечение в плоскости симметрии пятна контакта; зависимости: b – контактной площади A_c от глубины погружения h ; c – силы вдавливания; d – контактной жесткости S ; e и d – среднего контактного давления p_{max} ; h_c – контактная глубина

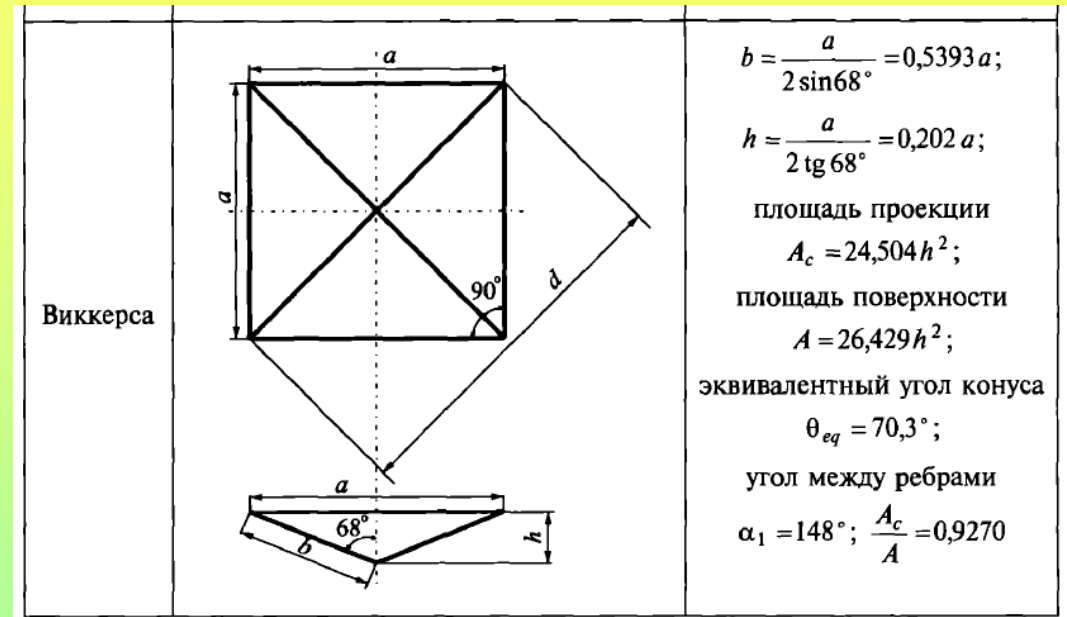


Геометрия идеального индентора Берковича (а) и атомно-силовое изображение кончика реального алмазного индентора после нескольких месяцев эксплуатации (б)

Основы техники наноиндентирования

Инденторы Берковича и Виккерса имеют сходное назначение и практически одинаковую зависимость контактной площади от глубины погружения благодаря равенству их эквивалентных углов в вершине ($\theta_{eq} = 70,3^\circ$).

Под эквивалентным углом здесь понимается полуугол в вершине конуса с такой же связью между глубиной погружения и площадью контактного пятна, что и обсуждаемые пирамиды. Пластическая деформация ε_r , которую они создают при образовании зоны развитой пластической деформации,



также имеет одинаковое значение. Предлагается оценивать ε_r из соотношения $\varepsilon_r = \ln \sin \theta_{eq}$, что для инденторов Берковича и Виккерса дает $\varepsilon_r \sim 0,08$. Из-за **более острых ребер испытание индентором Берковича приводит к образованию трещин при меньшей нагрузке, чем в опытах с индентором Виккерса. Стойкость второго (Виккерса) по той же причине несколько выше. У индентора Берковича притупление при вершине меньше.**

Основы техники nanoиндентирования

Трехгранный индентор Бирбаума - угол куба - обладает наименьшим эквивалентным углом в вершине ($\theta_{eq}=42,28^\circ$) из всех инденторов, используемых в НИ. При равной нагрузке он вытесняет примерно в 3 раза больший объем материала, чем инденторы Виккерса и Берковича.

Это приводит к созданию больших напряжений и деформаций под индентором и образованию трещин при гораздо меньших нагрузках, чем при индентировании двумя последними инденторами, что является преимуществом при испытаниях

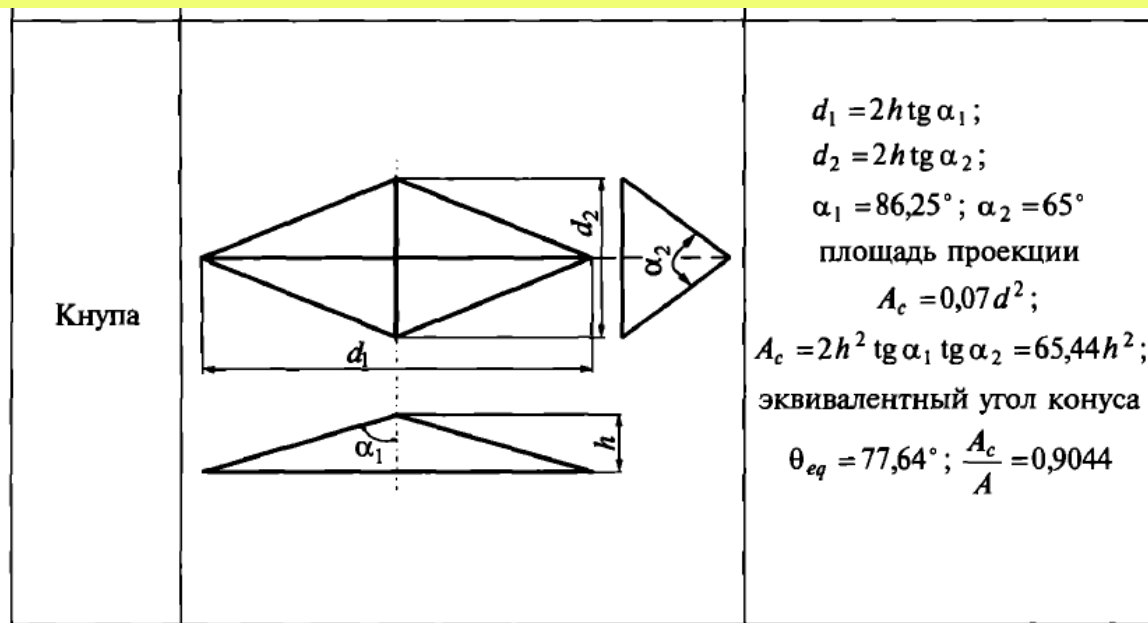
Название индентора	Форма	Геометрические соотношения
Бирбаума (угол куба)		$b = \frac{a}{2\sqrt{3} \cdot \sin 35,26^\circ} = 0,3178 a;$ $h = \frac{a}{2\sqrt{3}} \cdot \operatorname{ctg} 35,26^\circ = 0,1328 a;$ $y_1 = \frac{a}{2} \operatorname{tg} 30^\circ = \frac{a\sqrt{3}}{6} = 0,2887 a;$ $y_2 = a \operatorname{tg} 30^\circ = \frac{a\sqrt{3}}{3} = 0,5774 a;$ <p>площадь проекции $A_c = 2,6 h^2;$</p> <p>площадь поверхности $A = 4,5 h^2;$</p> <p>эквивалентный угол конуса $\theta_{eq} = 42,28^\circ; \frac{A_c}{A} = 0,5778$</p>

на трещиностойкость. Однако и **стойкость** его самая **наименьшая** из всех используемых в НИ инденторов.

Основы техники наноиндентирования

Индентор Кнупа похож на индентор Виккерса, но имеет одну диагональ, превышающую другую в, 7 раз.

При разгрузке отпечатка длинная диагональ практически не меняет своего размера, в то время как короткая уменьшается вследствие упругого восстановления отпечатка.

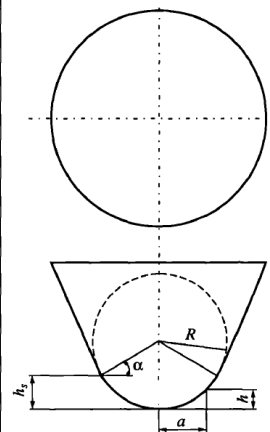


Это дает возможность осуществлять в очень твердых материалах более точные измерения контактной площади, чем это позволяют делать первые три пирамидальных индентора.

Основы техники nanoиндентирования

Индентор в форме поршня с плоским торцом обеспечивает неизменность контактной площади при погружении в материал, а следовательно, и линейный рост контактных напряжений от силы вдавливания. Поэтому его часто используют в испытаниях на ползучесть.

Сфероконический индентор используют для самого деликатного нагружения, если требуется избежать появления трещин до как можно больших размеров отпечатка.

Название индентора	Форма	Геометрические соотношения
Сфероконический		$h_s = R(1 - \sin \alpha);$ $a = \sqrt{2Rh - h^2};$ <p>площадь проекции $A_c = \pi a^2;$ при $h \ll R$ $A_c = 2\pi Rh;$ площадь поверхности при $h < h_s$ $A = \frac{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})}{2}$</p>

Для него $\varepsilon_r = 0,2 a/R$. Обычно это соотношение используют для металлов при $a/R \sim 0,4$.

Помимо специально изготовленных инденторов с такой геометрией все реальные пирамидальные инденторы на начальных стадиях нагружения также близки по свойствам к сфероконическим. Их существенным недостатком является нелинейная связь между контактной площадью и квадратом глубины погружения.

Основы техники наноиндентирования

Поскольку вершины пирамидальных и конических инденторов всегда притуплены, а углы заточки не равны номинальным в точности, любые методы извлечения количественных характеристик испытуемого материала из "сырых" данных обязательно требуют учета реальной геометрии используемого индентора и введения соответствующей коррекции.

Оптимальным для большинства случаев можно считать $R=50...100$ нм. Такой радиус обеспечивает стойкость вершины индентора после многих тысяч уколов в материалы с твердостью до 50 ГПа.

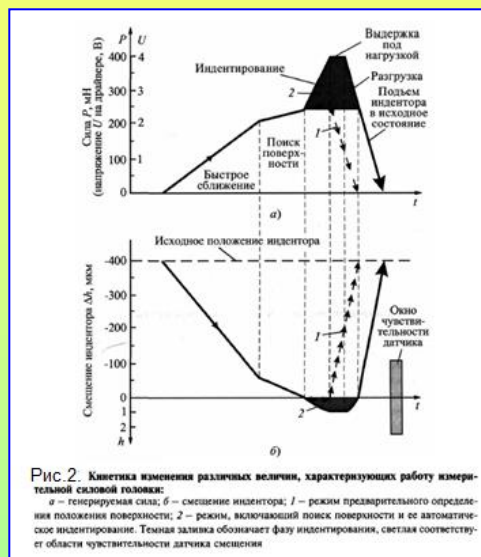
При меньших значениях R индентор будет притупляться после небольшого числа испытаний и его придется слишком часто переаттестовывать.

Особенности различных инденторов могут затруднить анализ результатов NI и извлечение из них количественных характеристик материала. Необходимы адекватные модели и экспериментальные методики, которые позволяют исследовать скоростные и размерные эффекты в процессе одного цикла нагружения

Основы техники наноиндентирования

Принципиальная схема, набор основных узлов и даже их конструктивное исполнение в наноиндентометрах и атомно-силовых микроскопах сходны. Поэтому в 90-е годы прошлого века родилась идея объединения их в одном устройстве.

Первоначально это были попытки заменить кремниевую иглу зондового микроскопа стандартным индентором.



Величина нагрузки при этом определялась по величине прогиба кантилевера АСМ с известной жесткостью. За твердость принимали отношение этой нагрузки к площади отпечатка по данным АСМ.

Однако границы контура отпечатка на поверхности образца достоверно определить оказалось сложно даже при ангстремном разрешении атомно-силового микроскопа. Поэтому только с установкой емкостного датчика смещения на кантилевер зондового микроскопа этим устройством стало возможным количественно измерять твердость по глубине невозстановленного отпечатка, а post factum - также профиль отпечатка и рельеф поверхности вокруг него.

Основы техники наноиндентирования

В приборе "TriboIndenter" фирмы Hysitron объединены в одном приборе наноиндентометр, АСМ и электронный просвечивающий микроскоп. Это позволяет проводить не только прецизионные измерения сил и деформаций образца,

но и наблюдать в нем область нагружения, зарождающиеся под индентором единичные дислокационные петли, движение границ зерен, двойников и т.п.



Стандартный тест на нанотвердость - цикл нагружение - разгрузка при наноиндентировании - длится обычно десятки или даже сотни секунд. В соответствии с этим временное разрешение стандартных нанотестеров невелико - в лучшем случае они проводят 10 измерений в секунду.

Применение быстродействующей платы сбора данных (Data Acquisition System) фирмы National Instruments (США) позволило сократить минимальное время дискретизации отсчетов до 25 мкс, так что даже при минимальной длительности испытания ($t = 100$ мс) можно регистрировать > 1000 отсчетов.

Список литературы к лекции 39

1) ИСО 14577-(1-4):2002.

2) W.C. Oliver, G.M. Pharr, An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, J. Mater., 1992, Res. 7, p. 1572.

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) Дуб С. Н. Испытания твердых тел на нанотвердость / С. Н. Дуб, Н. В. Новиков // Сверхтвердые материалы. - 2004. - № 6. - С. 16-33.

5) 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.

6) Головин Ю.И. Наноиндентирование и его возможности. М.: Машиностроение, 2009. – 312 с.

Контрольные вопросы

1) В чём состоят основные источники погрешностей при наноиндентировании?

2) Что такое тепловой дрейф?

3) Что такое вибрационные помехи?

4) Какие инденторы применяют для наноиндентирования?

Задания для самостоятельной работы

1. Изучить компании-производители нанотвердометров разных стран.



Кафедра технології металлов и матеріалознавства

г. Харьков, ул. Петровского, 25, ХНАДУ, КАФЕДРА ТМ и М
Tel.(8-057)707-37-92

