

07,13

Статистический учет влияния шероховатости на значения твердости, измеряемые при помощи метода инструментального индентирования

© И.И. Маслеников¹, А.С. Усеинов¹, К.С. Кравчук¹, А.А. Косцова¹, В.Н. Решетов²

¹ Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов, Москва, Троицк, Россия

² Московский инженерно-физический институт, Москва, Россия

E-mail: i.i.maslеников@gmail.com

Рассмотрена возможность корректировки значений твердости шероховатой поверхности, измеряемых при помощи метода инструментального индентирования. Коррекция значений предполагает использование данных о рельефе поверхности, полученных при помощи атомно-силового микроскопа или иного инструмента. Поверхность описывается при помощи стандартного отклонения распределения высот, а также автокорреляционной функции, которую предлагается аппроксимировать экспоненциальной зависимостью с квадратичным или линейным показателем.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации в рамках соглашения № 14.577.21.0274 (уникальный идентификатор проекта RFMEFI57717X0274).

DOI: 10.21883/FTT.2018.11.46666.15NN

1. Введение

Метод инструментального индентирования [1] широко распространен для измерения механических свойств материалов в субмикронных масштабах при исследовании гетерогенных структур и тонких покрытий. В противоположность традиционному методу определения твердости по оптическому изображению остаточного отпечатка, для получения значения контактной площади в методе инструментального индентирования измеряется зависимость приложенной нагрузки от заглубления индентора при вдавливании в поверхность. При этом используемая для обработки данных модель предполагает, что поверхность является гладкой и ровной. Данное предположение реализуется на практике через требование к проводимым измерениям, при котором глубина внедрения индентора не может быть менее $20 \cdot Ra$, где Ra — это среднеарифметическое отклонение точек поверхности от средней линии (плоскости). Вместе с тем, при необходимости измерений с небольшими глубинами индентирования подготовка поверхности становится все более затруднительной, а наличие шероховатости приводит не только к увеличению разброса данных, но также и к смещению оценки среднего значения измеряемых величин.

Основной величиной, подверженной влиянию шероховатости, является расчетное значение проекции контактной площади $A(h)$, являющееся функцией контактной глубины h . Возможные пути коррекции данной неточности предполагают коррекцию глубины h [2,3] $h \rightarrow h - \langle dz \rangle$, либо коррекцию самой функциональной зависимости $A(h)$ [3]: $A(h) \rightarrow m \cdot A(h)$. Данные поправки позволяют вычислять значение твердости используя стандартную процедуру метода инструментального индентирования с приведенными выше заменами. Указанные способы коррекции соответствуют двум предельным

случаям. В первом предельном случае предполагается, что углубления достаточно велики: настолько, что в область контакта попадает достаточно много локальных пиков, которые были смяты гранями индентора, что фактически сводит ситуацию к взаимодействию с плоской поверхностью, смещенной относительно начальной точки касания на величину $\langle dz \rangle$. Во втором предельном случае рассматривается взаимодействие с частью одного локального пика шероховатости, т.е. предполагается, что поверхность является локально плоской, но наклоненной, что и приводит к замене $A \rightarrow m \cdot A$.

В работе [3] указанные выше коэффициенты были определены в предположении, что автокорреляционная функция имеет вид: $C_{dr}^{(2)} \sim \exp(-dr^2/(2\sigma_{xy}^2))$. Вместе с тем, наряду с предположением о гауссовых формах автокорреляционной функции и спектральной плотности мощности шума, интерес представляет также автокорреляционная функция с линейным показателем вида $C_{dr}^{(1)} \sim \exp(-dr/(2\sqrt{2}\sigma_{xy}))$, для которой спектральная плотность мощности шума имеет вид $\sim 1/(1 + (4\sqrt{2}\pi f)^2)$. Как следует из экспериментальных данных, данный вид автокорреляционной функции лучше соответствует поверхностям, полученным при обработке методами шлифовки с использованием абразива (имеющим протяженные линейные дефекты в виде борозд от шлифпорошка или наждачной бумаги). Наряду с рассмотрением данной автокорреляционной функции в рамках настоящей работы также проведена экспериментальная проверка возможности коррекции $A \rightarrow m \cdot A$.

2. Определение новой корректировочной функции

Аналогично подходу работы [3] на основе представленной выше зависимости $C_{dr}^{(1)}$ было сгенерировано 7500

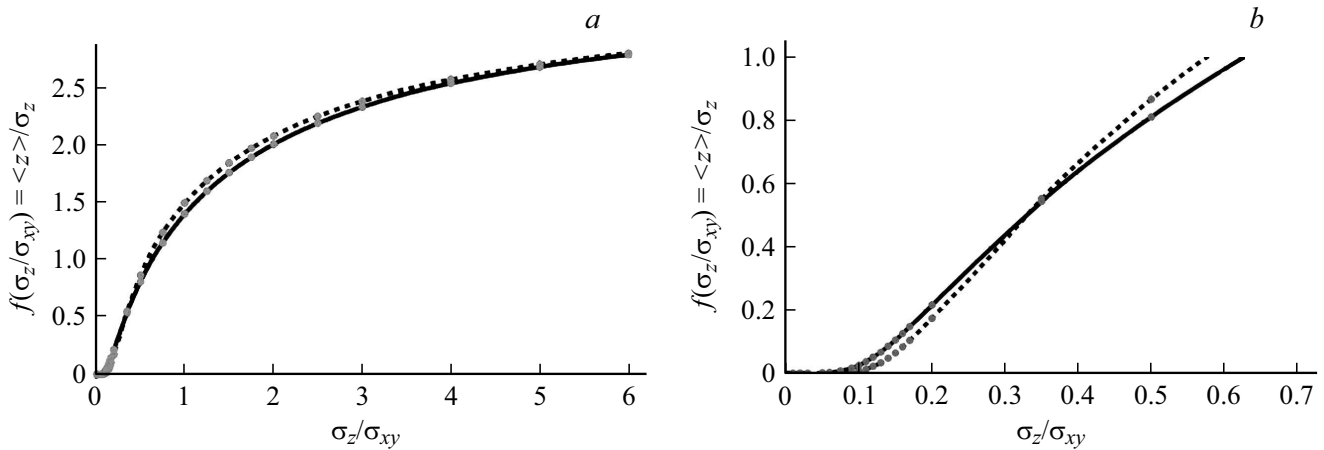


Рис. 1. Зависимость смещения точки контакта от параметра σ_z/σ_{xy} : *a* — в диапазоне значений σ_z/σ_{xy} от 0 до 6; *b* — увеличенная начальная область для диапазона σ_z/σ_{xy} от 0 до 0.7. Пунктирная линия — известная ранее зависимость для функции $C_{dr}^{(2)}$. Сплошная линия — зависимость для функции $C_{dr}^{(1)}$.

шероховатых поверхностей, каждая из которых обладала нормальным распределением высот поверхности со среднеквадратическим отклонением $\sigma_z = 1$. В данном случае моделирование поверхностей было проведено в безразмерных единицах, так как рассматривается чисто геометрическая задача. Как следует из работы [3], распределение такой величины как, например, смещение точки контакта, является достаточно близким к нормальному, что указывает на то, что погрешность величин, полученных из численного эксперимента, масштабируется как $\sim 1/\sqrt{N}$, где N — число проведенных измерений. Это позволяет уменьшить итоговую погрешность почти в 100 раз. Учитывая, что целью данной работы было определение именно нормированных параметров, отмеченный факт приводит к тому, что полученные значения будут иметь ошибку не более нескольких процентов: в частности, нормированное на стандартное отклонение смещение точки контакта с вероятностью порядка 95% будет иметь погрешность не более 2%. Конкретное значение 7500 было выбрано для соответствия условий численного эксперимента данной работы. Каждый из сгенерированных массивов содержал 128×128 равномерно расположенных точек, параметр σ_{xy} был равен четырем единичным расстояниям между соседними точками. Таким образом, исходное соотношение σ_z/σ_{xy} составляло 0.25 для каждого из 7500 массивов. Затем вертикальная координата точек каждого массива была помножена на постоянную для заданного массива константу, изменяя параметр σ_z таким образом, чтобы получить 29 различных соотношений σ_z/σ_{xy} в диапазоне от 0.01 до 6. Над центром каждой из представленных поверхностей помещалась пирамида в форме Берковича, которая подводилась до первой точки контакта с поверхностью. По полученным расстояниям от средней плоскости шероховатой поверхности до точки контакта

было определено среднее значение $\langle dz \rangle$, являющееся функцией параметра σ_z/σ_{xy} . Нормированное значение $\langle dz \rangle$, полученное для автокорреляционной функции $C_{dr}^{(1)}$, а также известная ранее зависимость смещения точки контакта для функции $C_{dr}^{(2)}$ представлены на рис. 1. Интересным фактом является практическое совпадение функций $f^{(2)}(x)$ и $f^{(1)}(x)$: их различие наблюдается только в области малых отношений σ_z/σ_{xy} и не превышает величины порядка 10% в области $\sigma_z/\sigma_{xy} > 0.2$. Данная величина примерно соответствует котангенсу угла между ребром и высотой пирамиды Берковича. При больших значениях параметра σ_z/σ_{xy} автокорреляционные функции $C_{dr}^{(2)} \sim \exp(-dr^2/(2\sigma_{xy}^2))$ и $C_{dr}^{(1)} \sim \exp(-dr/(2\sqrt{2}\sigma_{xy}))$, вид которых приведен на рис. 2, определяют практически одинаковую коррекцию точки контакта.

Представленный теоретический результат позволяет подбирать правильную коррекцию точки контакта для

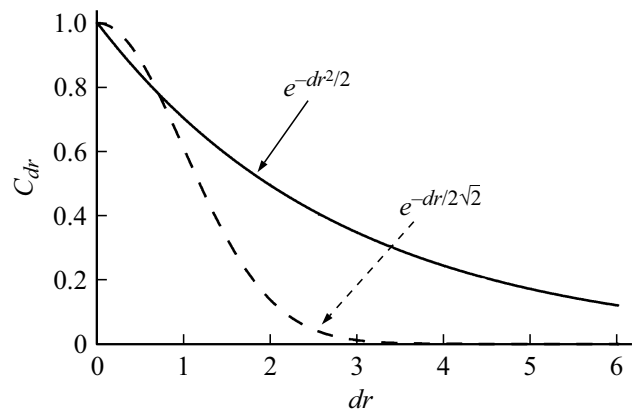


Рис. 2. Сечения автокорреляционных функций, приводящих к одинаковой коррекции точки контакта при больших значениях параметра σ_z/σ_{xy} .

автокорреляционной функции, имеющей отличный от гауссового вид.

3. Экспериментальное исследование

Представленная модель, выраженная зависимостью $f^{(1)}(x)$, была использована для коррекции экспериментальных данных, измеренных на образцах поликарбоната согласно методу инструментального индентирования. Подготовка поверхности проводилась при помощи наждачной бумаги с различной степенью зернистости, параметр которой приведен в табл. 1. Указанные параметры зернистости были подобраны с целью получения поверхностей с достаточно большим отношением σ_z/σ_{xy} : при $\sigma_z/\sigma_{xy} \geq 0.1$ — в области, где поправки, связанные со смещением точки контакта, не пренебрежимо малы (см. рис. 1). При этом твердость поликарбоната позволяет производить измерения с доступными в нанотвердомере „НаноСкан 4Д“ [4] нагрузками на достаточную по сравнению с шероховатостью глубину. Наблюдения при помощи оптического микроскопа не выявило следов шаржирования поверхности. Измерение топографии поверхности было проведено при помощи атомно-силового микроскопа (АСМ) „NTegra Prima“, поле сканирования составило более $240 \mu\text{m}$. Параметр σ_z был определен как среднеквадратическое отклонение всех вершин профиля поверхности. Параметр σ_{xy} был определен на основе вписывания теоретических зависимостей в экспериментальные автокорреляционные функции (рис. 3).

Для оценки возможности описания автокорреляционных функций зависимостью $C_{dr}^{(2)}$ на рис. 4 приведена поверхность, полученная аппроксимацией экспериментальных пиков рис. 3 соответствующей гауссовой кривой $C_{dr}^{(2)}$.

Из сравнения аппроксимаций рис. 3 и 4 можно отметить, что экспериментальный пик является более „острым“, чем гауссовы зависимости $C_{dr}^{(2)}$. Количественной мерой остроты пика может служить коэффициент эксцесса, определенной зависимостью $\kappa = \mu_4/\mu_2^2 - 3$, где μ_4 — центральный момент четвертого порядка, μ_2 — центральный момент второго порядка. Для нормального распределения $C_{dr}^{(2)}$ имеет место равенство $\kappa = 0$, для распределения $C_{dr}^{(1)}$: $\kappa = 3$. При этом в обоих случаях нормировочная константа c_0 была выбрана таким образом, чтобы выполнялось равенство: $\int_0^\infty c_0 C_{dr}^i dr = 1$, где $i = 1, 2$. Значения параметра κ для экспериментальных массивов, представленных на рис. 3 и 4, приведены в табл. 1. При вычислениях данного параметра в каждом случае использовалась центральная область экспериментальной автокорреляционной функции с радиусом $10 \cdot \sigma_{xy}$, где параметр σ_{xy} определен на основании аппроксимаций $C_{dr}^{(1)}$, представленных на рис. 3.

Таким образом, автокорреляционные функции для всех поверхностей оказались более „острыми“, чем

Таблица 1. Значения параметра эксцесса для экспериментальных автокорреляционных функций

Параметр зернистости	κ
180	0.57
320	3.34
800	7.3

Таблица 2. Результаты измерения твердости поверхности поликарбоната с различной шероховатостью

Параметр зернистости	σ_z/σ_{xy}	F, mN	$H(\langle h \rangle)$ без коррекции, GPa	$H(\langle h \rangle)$ с коррекцией, GPa
180	0.51	100	0.08	0.2
		1400	0.15	0.2
320	0.27	100	0.12	0.16
		1400	0.17	0.19
800	0.55	100	0.13	0.19
		1400	0.16	0.18

гауссова зависимость $C_{dr}^{(2)}$. С увеличением параметра зернистости наждачной бумаги описание поверхности при помощи функции $C_{dr}^{(2)}$ становится все менее адекватным, в то время как зависимость $C_{dr}^{(1)}$ позволяет более корректно описать острый пик.

Для дополнительного качественного объяснения можно отметить, что в окрестности точки $dr = 0$ зависимость $C_{dr}^{(1)}$ в отличие от зависимости $C_{dr}^{(2)}$ является линейной относительно параметра dr ; аналогичное линейное разложение будет иметь место и для пиков автокорреляционных функций прямоугольных или треугольных сигналов. Данные сигналы являются качественным приближением сечений борозд поверхности, получаемых при фрезеровке или шлифовке, что и приводит к качественному выводу о том, что автокорреляционные функции таких поверхностей лучше описываются именно зависимостью $C_{dr}^{(1)}$ с линейным показателем в экспоненте.

Для измерения твердости использовался нанотвердомер „НаноСкан 4Д“ [4], на каждом из образцов было проведено 100 измерений. Контактные глубины для каждой из нагрузок были усреднены; итоговое значение твердости без коррекции было рассчитано как $F/A(\langle h \rangle)$, с учетом коррекции твердость рассчитывалась как $F/A(\langle h \rangle - \langle dz \rangle)$. Параметр σ_z для указанных поверхностей составил от $1.1 \mu\text{m}$ до $3.3 \mu\text{m}$. Результаты измерений представлены в табл. 2.

Как видно из таблицы, представленная модель во всех случаях существенно улучшает точность определения значения твердости, приближая его к твердости ровной поверхности (0.2 GPa). Так как методика предполагает

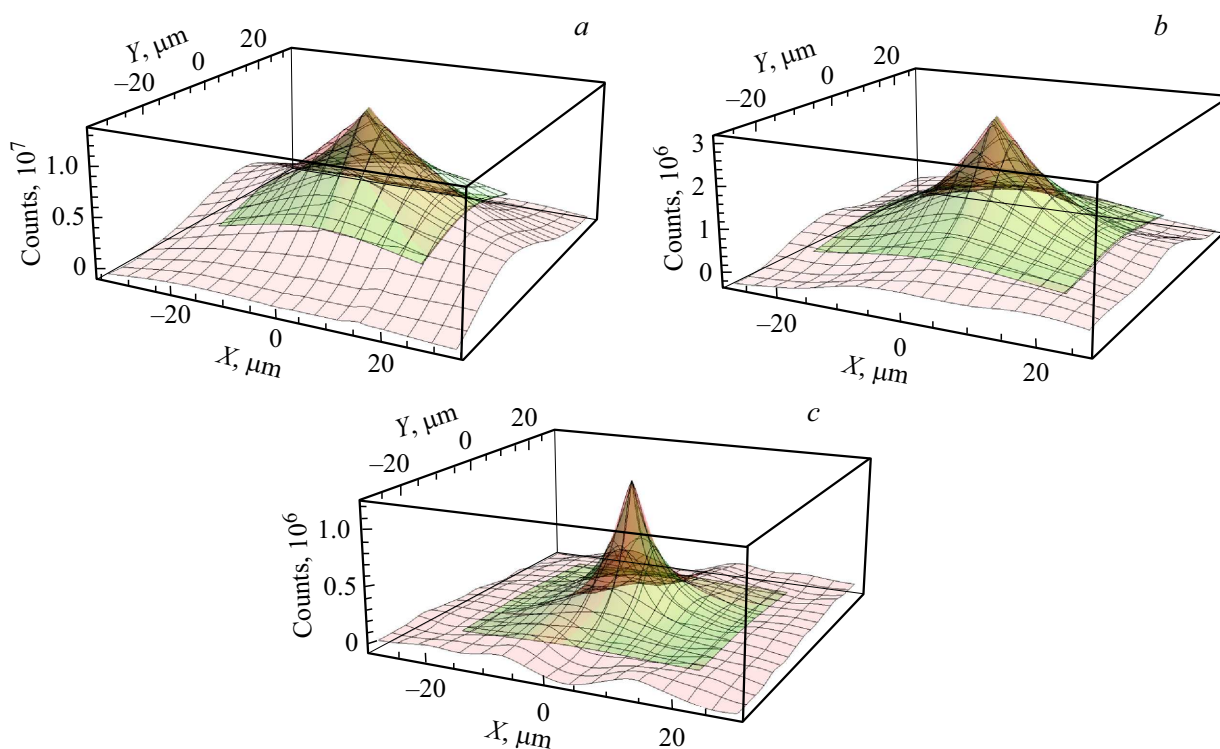


Рис. 3. Автокорреляционные функции, а также аппроксимирующие их зависимости $C_{dr}^{(1)}$, полученные для поверхностей, соответствующих параметру зернистости: 180 (a), 320 (b), 800 (c).

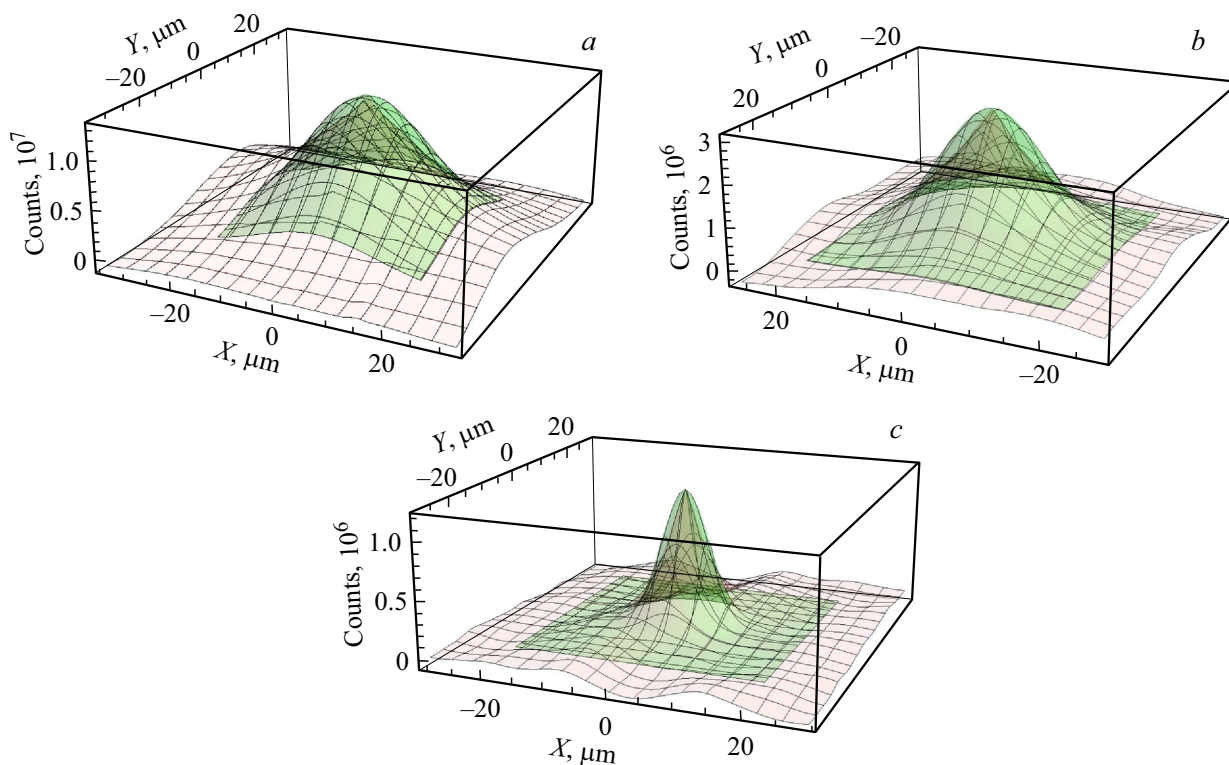


Рис. 4. Автокорреляционные функции, а также аппроксимирующие их зависимости $C_{dr}^{(2)}$, полученные для поверхностей, соответствующих параметру зернистости: 180 (a), 320 (b), 800 (c).

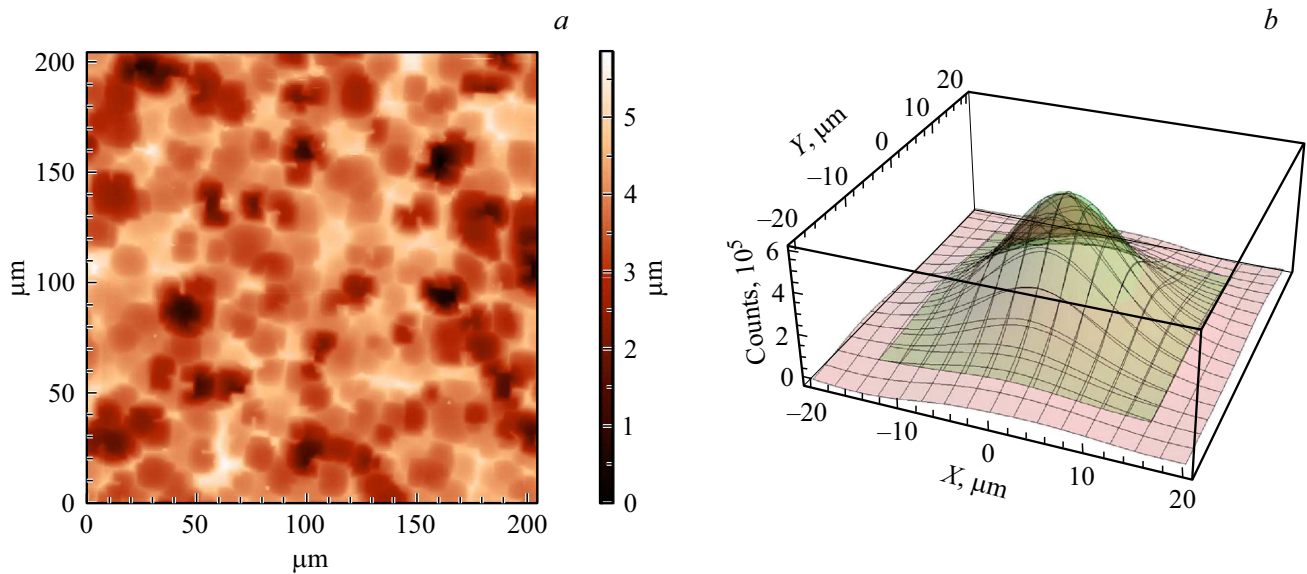


Рис. 5. АСМ-изображение поверхности кремния (а), автокорреляционная функция и аппроксимирующая ее поверхность (b).

коррекцию среднего значения глубины, а затем вычисление твердости, то сравнение производилось именно с твердостью, вычисленной от средней глубины без коррекции. Следует отметить, что усреднение значений твердости, вычисленных от каждого значения контактной глубины, также приводит к значению, большему значения твердости, вычисленному от средней глубины, однако такой способ не гарантирует получения значения твердости, соответствующего ровной поверхности.

В дополнение к коррекции твердости, произведенной для относительно больших значений $\sigma_z/\sigma_{xy} > 0.2$, была исследована возможность экспериментальной коррекции $A \rightarrow m \cdot A$, позволяющей корректировать значения твердости вплоть до значений $\sigma_z/\sigma_{xy} \sim 0.1$. В качестве образца была выбрана пластина кремния, изображение и автокорреляционная функция поверхности которой приведены на рис. 5. Экспериментальная автокорреляционная функция хорошо описывается гауссовой кривой $C_{dr}^{(2)} \sim \exp(-dr^2/(2\sigma_{xy}^2))$ с параметром $\sigma_{xy} = 6.5 \mu\text{m}$. Среднеквадратичное отклонение рельефа поверхности σ_z составило $0.76 \mu\text{m}$. Индентирование было произведено с нагрузкой 15mN , что привело к значению средней контактной глубины $0.22 \mu\text{m}$. Применение коррекции $A(\langle h \rangle) \rightarrow m \cdot A(\langle h \rangle)$ с приведенным в работе [3] значением параметра $m = 1 + 14.2(\sigma_z/\sigma_{xy})^2$ позволило скорректировать исходное значение твердости $F/A(\langle h \rangle) = 9.1 \text{ GPa}$ до значения 10.8 GPa ; измеренное значение твердости ровной поверхности составило $11.3 \pm 0.5 \text{ GPa}$. Таким образом показано, что в результате применения предложенной коррекции значение твердости шероховатой поверхности совпало со значением для ровной поверхности в пределах погрешности измерения.

4. Заключение

В рамках данной работы была выведена зависимость, позволяющая корректировать значения твердости при больших глубинах индентирования в случае, когда автокорреляционная функция имеет вид $C_{dr}^{(1)}$. В отличие от использованной ранее зависимости $C_{dr}^{(2)}$, указанный вид автокорреляции более соответствует поверхностям, содержащим выраженный рельеф, характерный для обработки методами шлифовки или фрезеровки. Полученная зависимость была проверена экспериментально. Также экспериментальная проверка была проведена и для индентирования на малые глубины в случае поверхности, имеющей гауссову автокорреляцию высот. Полученные данные демонстрируют возможность коррекции измеряемых значений твердости с целью повышения точности определения механических свойств с помощью метода инструментального индентирования.

Список литературы

- [1] W.C. Oliver, G.M. Pharr. *J. Mater. Res.* **19**, 1, 3 (2004).
- [2] J.Y. Kim, J.J. Lee, Y.H. Lee, J. Jang, D. Kwon. *J. Mater. Res.* **21**, 12, 2975 (2006).
- [3] I. Maslenikov, A. Useinov, A. Birykov, V. Reshetov. *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering* **256**, 012003 (2017).
- [4] К. Кравчук, А. Усеинов, И. Масленников, С. Перфилов. *Наноиндустрия* **65**, 3, 54 (2016).

Редактор Т.Н. Василевская