

07,13

## Алгоритмы обработки изображений царапин в методе склерометрии

© Н.А. Львова<sup>1,2</sup>, К.С. Кравчук<sup>1</sup>, И.А. Широков<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов, Троицк, Москва, Россия

<sup>2</sup> Московский физико-технический институт, Долгопрудный, Московская обл., Россия

<sup>3</sup> Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия

E-mail: nlvova@ntcstm.troitsk.ru

(Поступила в Редакцию 28 января 2013 г.)

Разработан автоматизированный способ определения контактной площади в методе склерометрии с учетом особенностей морфологии царапины. Приведено описание алгоритма, заложенного в основу реализованного метода, а также алгоритма вычисления объема остаточной борозды и объема материала, вытесненного на поверхность. Проведено сравнение значений твердости по данным двух методик: метода прямого измерения площади контакта для остаточной царапины и метода расчета с использованием меры твердости.

Работа выполнена при поддержке Министерства образования и науки РФ в рамках ГК № 16.523.12.3003.

### 1. Введение

Измерение твердости методом царапания (склерометрии), разработанным в минералогии, является одним из старейших способов определения прочности материалов. В настоящее время область применения склерометрии охватывает широкий круг исследовательских и инженерных задач, решаемых при характеристике материалов в широком диапазоне упругих и пластических свойств. Склерометрия с использованием алмазного наконечника (индентора) обычно применяется в качестве трибологического метода для определения динамических механических свойств поверхности: твердости по царапанию абразивного изнашивания, коэффициента трения, адгезионных свойств покрытий. Применение склерометрии имеет ряд преимуществ перед традиционным индентированием: меньшее влияние упругого восстановления, возможность определения анизотропии механических свойств и исследования перехода от пластического деформирования материала к его абразивному изнашиванию и резанию при изменении угла атаки при движении индентора. Кроме того, использование склерометрии на наномасштабе дает возможность изучать свойства тонких пленок толщиной в несколько микрометров и менее, а также исследовать начало хрупкого разрушения твердых материалов при увеличении нагрузки [1]. Однако многие вопросы измерений механических характеристик методом склерометрии, в частности наносклерометрии, являются недостаточно изученными по сравнению с индентированием. Отсутствуют исчерпывающая информация о взаимосвязи между механическими и трибологическими свойствами твердых тел [2], модели влияния масштабного фактора на процессы изнашивания [3], а также единое мнение о методах анализа экспериментальных данных [4].

Для подробного изучения элементов наноструктуры материала, а также областей поверхности, подвергну-

тых локальной механической модификации, необходимы методы, позволяющие получать информацию о рельефе поверхности с пространственным разрешением до 1 nm. Одним из таких методов является сканирующая зондовая микроскопия (СЗМ). В данном методе полученная информация о поверхности хранится в электронном виде, что позволяет реализовать различные автоматические режимы измерения ее геометрических характеристик. В настоящей работе представлены автоматические режимы определения параметров царапины при исследовании механических свойств материалов методом склерометрии: вычисление площади контакта индентора с поверхностью образца при определении значения твердости, а также вычисление объема материала, вытесненного на поверхность, и объема остаточной борозды.

### 2. Методика эксперимента

Для исследований были отобраны образцы с различной структурой, а также упругими и пластическими свойствами: плавленый кварц КУ-1, оптическое стекло К8, монокристалл сапфира, армко-железо, титан технический ВТ 1-0, наноструктурированный титан, полученный методом интенсивной пластической деформации.

Образцы для исследований были подготовлены методом тонкой механической полировки, шероховатость поверхности составляла не более 11 nm. Для нанесения царапин и отпечатков использовался сканирующий нанотвердомер „НаноСкан-3D“ [5] производства ФГБНУ ТИСНУМ. Разрешение по нагрузке было 50  $\mu\text{N}$ , скорость царапания — 1  $\mu\text{m/s}$ , длина царапин составляла 10–30  $\mu\text{m}$ . Радиус закругления острия алмазного индентора в форме трехгранной пирамиды Берковича, изготовленного в ФГБНУ ТИСНУМ, не превышал 100 nm.

Для визуализации полученных отпечатков и царапин применялся сканирующий зондовый микроскоп Ntegra

Механические свойства исследованных образцов

Образец	Микротвердость $H_{micro}$ , GPa	Модуль Юнга $E$ , GPa	Шероховатость $R_a$ , nm
<i>a</i>	Плавленный кварц KV-1	72	1
<i>b</i>	Стекло К8	70	1
<i>c</i>	Армко-железо	200	2
<i>d</i>	Технический титан BT 1-0	112	2
<i>e</i>	Наноструктурированный титан	122	11
<i>f</i>	Монокристалл сапфира	420	1

Prima производства фирмы NT-MDT, позволяющий проводить также измерения шероховатости поверхности. Сканирование проводилось стандартным полуконтактным методом, частота сканирования была 0.5 Hz, шаг сканирования не более 50 nm. Измерение микротвердости проводилось с использованием микротвердомеров DuraScan 20 (EMCO-TEST) и ПМТ-3М (ЛОМО), исследование модуля Юнга — методами силовой спектроскопии и индентирования [5] с помощью сканирующего нанотвердомера „НаноСкан-3D“. Механические свойства исследованных образцов приведены в таблице. Значение микротвердости  $H_{micro}$  рассчитывалось как отношение нормальной нагрузки к площади проекции отпечатка, при измерениях использовалась пирамида Виккерса.

При определении твердости методом царапания трехгранной и четырехгранной алмазной пирамидой измеряемой величиной является ширина остаточной борозды  $b$ . Число твердости  $H$  определяют как отношение вертикальной нагрузки  $P$  к площади поверхности контакта образца с наконечником или площади проекции контакта на горизонтальную плоскость  $A_{norm}^{calc}$ , зависящих от  $b$ ,

$$H = kP/b^2, \tag{1}$$

где  $k$  — коэффициент формы наконечника (индентора). Шириной царапины считается усредненное расстояние между вершинами навалов (pile-up), образующихся по сторонам царапины. Коэффициент  $k$  зависит от геометрии наконечника и угла между направлением царапания и сторонами квадрата или треугольника, являющихся основанием пирамиды.

Поскольку форма индентора может отличаться от правильной пирамиды, для каждого индентора обычно проводится калибровка на мере твердости (плавленный кварц). Для этого на поверхность меры твердости (эталонного образца) наносится ряд царапин при разных нагрузках с последующей визуализацией модифицированной поверхности методом сканирующей зондовой микроскопии, и для каждого значения  $b_i$  вычисляется коэффициент формы индентора. В настоящей работе царапание проводилось по схеме „ребром вперед“, поскольку в этом случае деформация материала близка к пластическому выдавливанию из борозды, аналогичному выдавливанию материала при индентировании [6]. При

движении пирамиды „ребром вперед“ в контакте с исследуемой поверхностью находятся две передние грани.

Известно, что перед гранями движущегося индентора образуется навал, площадь которого должна входить в общую площадь контакта индентора с образцом [7]. При вычислении твердости по формуле (1) с использованием коэффициентов  $b_i$ , рассчитанных для плавленного кварца, неявно предполагается, что высота и форма навала перед индентором зависят только от ширины царапины; зависимостью морфологии навала от соотношения упругих и пластических свойств материала пренебрегается. Кроме того, в качестве эталонного значения твердости плавленного кварца принимается не твердость по царапанию, определяемая методом склерометрии, а величина микротвердости, полученная с помощью пирамиды Виккерса.

Однако в различных практических ситуациях фактическая площадь проекции контакта  $A_{norm}^{act}$  отличается от расчетной  $A_{norm}^{calc}$  вследствие сложной геометрии навалов, образующихся в области двух передних граней при движении индентора. Этот эффект, называемый в монографии [6] явлением наращивания, может оказывать влияние на получаемые значения микро- и нанотвердости. Иллюстрация явления наращивания приведена на рис. 1.

Экспериментальные и теоретические исследования формы навала перед движущимся индентором проводились на протяжении ряда лет [8], однако для нагрузок, соответствующих субмикронному и нанодиапазону, зависимость морфологии навала перед индентором от механических и трибологических свойств материала остается малоизученной. Современные исследования сосредоточены в основном на исследовании механизмов износа приповерхностных слоев, деформации и разрушения материала в остаточной царапине, критических нагрузок для отрыва покрытий от подложки [9].

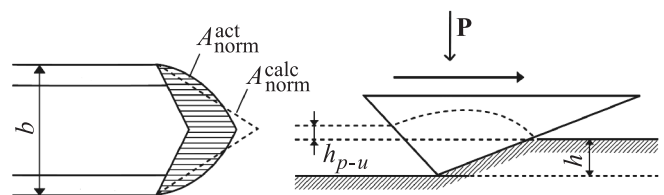


Рис. 1. Явление наращивания согласно [6].

Высота навалов по сторонам царапины определяется геометрией индентора и отношением модуля Юнга  $E$  к пределу текучести материала  $\sigma$ . Согласно расчетам методом конечных элементов [10], при царапании индентором Берковича по схеме „ребром вперед“ выполняется следующее соотношение:

$$(h + h_{p-u})/h = 0.25339 \ln X + 0.5017, \quad (2)$$

где  $h_{p-u}$  и  $h$  — высота навалов и глубина царапины, отсчитываемые от исходной поверхности,  $X$  — реологический фактор, определяемый по формуле

$$X = E/(\sigma \operatorname{ctg} \vartheta),$$

где  $\vartheta$  — половинный угол при вершине индентора, равный  $72.8^\circ$  при царапании пирамидой Берковича „ребром вперед“ [2]. Предел текучести при этом пропорционален твердости  $H$  согласно известной формуле

$$H = C\sigma, \quad (3)$$

где коэффициент стеснения  $C$  равен 3 для металлов и 1.3–1.7 для хрупких материалов (плавленый кварц, стекло) [11]. Высота навалов  $h_{p-u}$  составляет менее 10% от глубины остаточной царапины  $h$  для плавленого кварца и более 50% для металлических материалов, для которых эффект наращивания может повлиять на вычисляемое значение твердости.

Целью настоящей работы было создание алгоритма и программного модуля, позволяющего автоматически вычислять площадь проекции контакта индентора с поверхностью образца при измерении твердости методом склерометрии. Представляемый алгоритм расчета основан на анализе морфологии остаточной борозды в ее части, соответствующей моменту снятия нагрузки на индентор и отводу его от образца. Использование результата расчета позволяет исключить калибровку индентора на эталонном материале и провести прямые измерения твердости с учетом особенностей морфологии области контакта. Следует отметить, что расчет твердости как отношения вертикальной нагрузки к горизонтальной проекции площади контакта придает твердости физический смысл среднего контактного давления [6].

Помимо ширины царапины важными характеристиками процесса деформирования материала являются площади сечения остаточной борозды ( $A_{\text{groove}}$ ) и суммарной области навалов ( $A_{p-u}$ ) вертикальной плоскостью, перпендикулярной направлению царапания. Мерой вклада хрупкого разрушения в общий процесс деформации является величина  $f_{\text{ab}}$ , характеризующая степень абразивного износа и определяемая по формуле [12]

$$f_{\text{ab}} = (A_{\text{groove}} - A_{p-u})/A_{\text{groove}}. \quad (4)$$

При индентировании и царапании образцов хрупких материалов может происходить изменение характера деформации при увеличении нагрузки — переход от

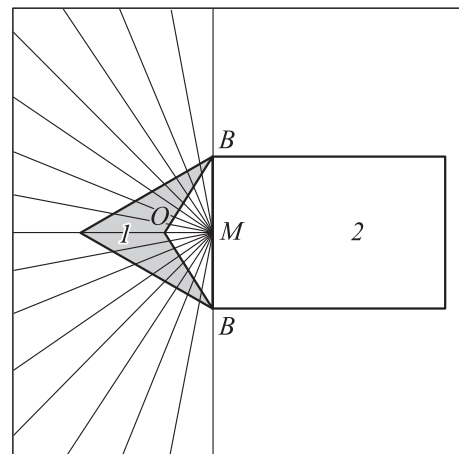
пластического течения к хрупкому разрушению. Согласно [8], такой переход наблюдается при критическом значении величины отпечатка или царапины

$$a = (K_{1C}/H)^2 \pi^3 \operatorname{tg}^2 \vartheta, \quad (5)$$

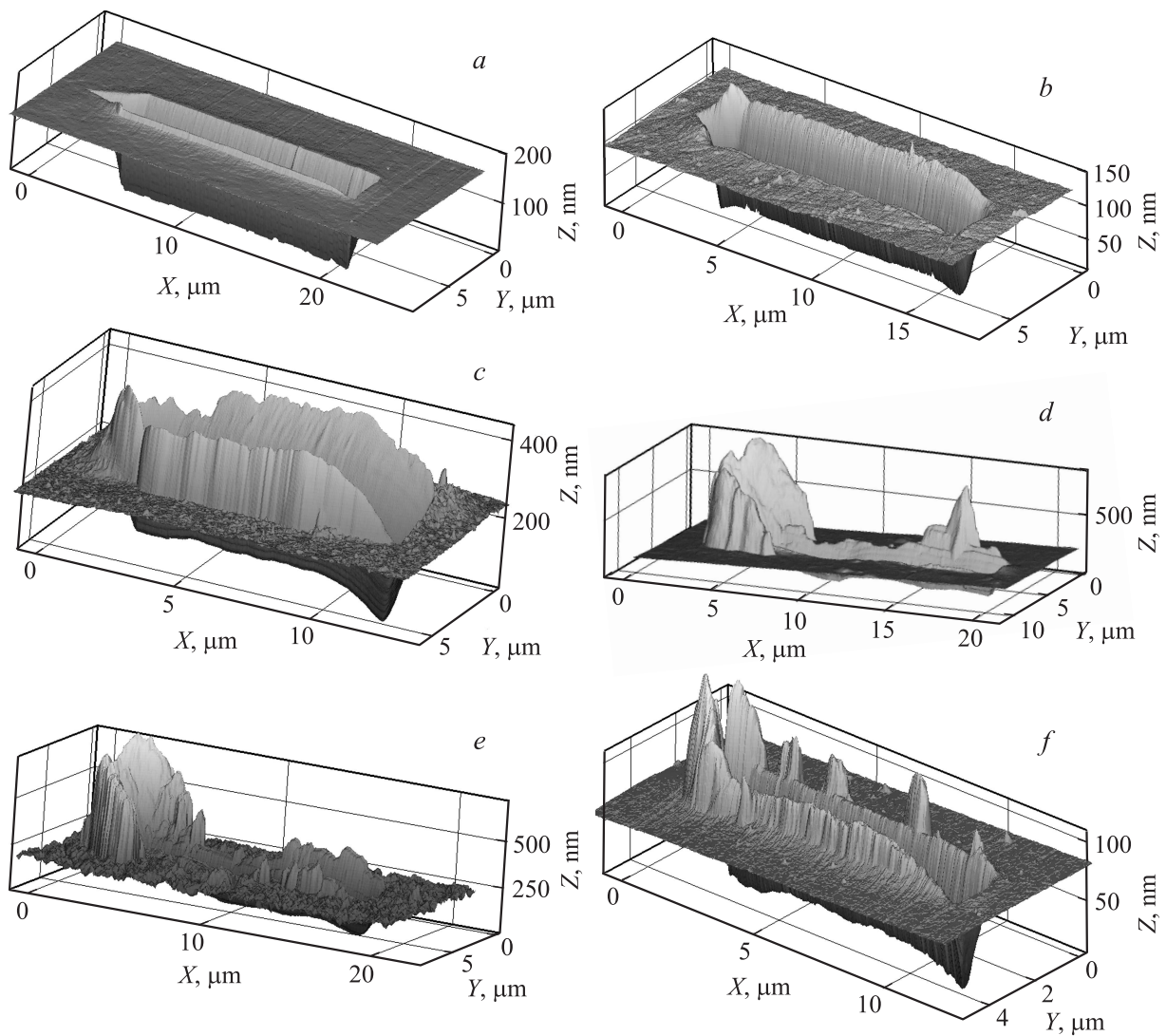
где  $K_{1C}$  — коэффициент трещиностойкости. Таким образом, представляется полезным провести исследование зависимости  $f_{\text{ab}}$  от нагрузки на индентор в области, соответствующей изменению механизма деформации хрупких твердых материалов в субмикронном и нанодиапазоне. Ранее в работе [12] для вычисления площадей сечений царапины и навалов по СЗМ-изображению использовался программный пакет MATLAB. Авторы работы [9] вычисляли объем остаточной борозды без учета области навалов для определения износостойкости; при этом использовались геометрические параметры царапины, усредненные по нескольким построенным профилям сечения. В настоящей работе предлагается метод автоматического вычисления объемов остаточной борозды и области навалов. Усредненные значения  $A_{\text{groove}}$  и  $A_{p-u}$  могут быть получены делением значений соответствующих объемов на длину царапины.

### 3. Автоматическое определение геометрических размеров царапины

В настоящей работе используется подход, развитый ранее в [13,14]. В качестве входных данных используется массив чисел  $z(x, y)$ , где  $z$  — высота поверхности образца в данной точке,  $x, y$  — декартовы координаты на горизонтальной плоскости. Путем анализа функции  $z(x, y)$  устанавливается расположение дна царапины, внешних и внутренних границ навалов, а также расположение максимумов  $z(x, y)$  в навалах. Максимумы определяются



**Рис. 2.** Схема построения отрезков, соединяющих точку  $M$  минимума функции  $z(x, y)$  вдоль линии  $B-B$  (пояснения в тексте) с точками границы области сканирования. Серым выделена проекция площади контакта индентора с поверхностью на горизонтальную плоскость (1), белое поле – область остаточной царапины (2).



**Рис. 3.** СЗМ-изображения царапин на поверхности исследованных образцов. *a* — плавленый кварц КУ,  $P = 50$  мН; *b* — стекло К8,  $P = 25$  мН; *c* — армо-железо;  $P = 5$  мН; *d* — титан ВТ 1-0,  $P = 7$  мН; *e* — наноструктурированный титан,  $P = 10$  мН; *f* — сапфир,  $P = 30$  мН.

как точки, в которых касательная к поверхности  $z(x, y)$  горизонтальна. Далее вычисляются следующие параметры отпечатка: средняя ширина царапины, средняя глубина царапины, внутренний объем остаточной борозды  $V_{\text{groove}}$ , суммарный объем навалов  $V_{p-u}$ , средняя высота навалов  $h_{p-u}$  с каждой стороны царапины.

Конечный участок отпечатка царапины, полученный непосредственно перед извлечением индентора, по форме соответствует двум передним граням пирамиды Берковича. Границы этого участка определяются следующим образом. Сначала строятся сечения области сканирования вертикальными плоскостями, перпендикулярными направлению царапания. Анализируются особенности  $z(x, y)$ , определяется первое из сечений царапины, для которого величина  $b$  равна среднему значению (сечение  $B-B$  на рис. 2). Для этого сечения находится точка минимума  $z(x, y)$  (точка  $M$  на том

же рисунке). Затем строится веер отрезков и соответствующих сечений, соединяющих точку  $M$  с каждой из точек границы области сканирования и пересекающих конечный участок отпечатка. Сечение определяется как множество точек исходного массива  $z(x, y)$ , в плоскости  $XY$  аппроксимирующее прямую согласно алгоритму Брезенхама. Считая, что точки указанного множества пронумерованы, определим касательную в точке с номером  $N$  как прямую, проходящую через точки с номерами  $N, N + 2$ . Далее для каждого из отрезков определяются границы конечного участка по указанному выше критерию: усредненное значение угла наклона касательной к поверхности становится равным нулю, что классифицируется как потеря контакта индентора с поверхностью. Затем находится точка на изображении, соответствующая положению вершины пирамиды (точка  $O$  на рис. 2), и вычисляется площадь проекции участка

контакта на горизонтальную плоскость. Отметим, что алгоритмы анализа функции  $z(x, y)$  не являются полностью автоматизированными. При их использовании требуется визуальный анализ изображения отпечатка и при необходимости подбор значений некоторых настроечных параметров.

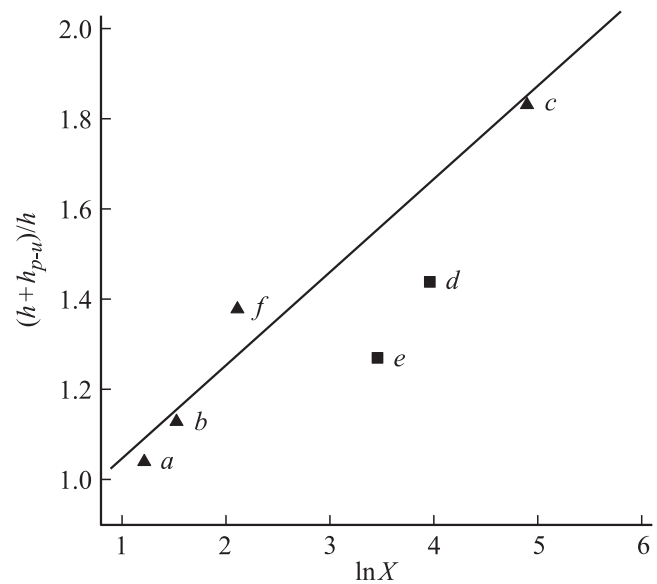
#### 4. Результаты и обсуждение

На рис. 3 приведены СЗМ-изображения царапин на поверхности исследованных образцов. Глубина  $h$  находится в диапазоне 150–180 нм для царапин на поверхности большинства изученных образцов (рис. 3, *a–e*), для сапфира  $h = 70$  нм (рис. 3, *f*). Видно, что морфология остаточной борозды меняется в зависимости от соотношения модуля Юнга и твердости материала (см. таблицу). На рис. 4 приведены значения  $(h + h_{p-u})$  в зависимости от параметра  $\ln X$ , вычисленные для диапазона нагрузок, при которых образование обломков материала не наблюдалось. Значение предела текучести наноструктурированного титана принималось равным 1.2 ГПа [15], для остальных образцов вычислялось по формуле (3) с использованием величины  $H_{\text{micro}}$ . Данные, полученные для плавленого кварца, стекла, железа и сапфира, могут быть аппроксимированы линейной зависимостью, близкой к формуле (2):

$$(h + h_{p-u})/h = 0.2071 \ln X + 0.8403. \quad (6)$$

Различие коэффициентов может быть связано с неидеальной формой индентора. Кроме того, в работе [10] коэффициент трения принимался равным нулю, вклад хрупкого разрушения при этом не учитывался, глубина моделируемых царапин составляла около 3 мкм. Однако необходимо отметить, что данная линейная зависимость выполняется для хрупких материалов (кварц, стекло, сапфир), что указывает на малый вклад разрушения в процесс деформирования при указанных нагрузках. В то же время значения  $(h + h_{p-u})/h$  для образцов титана лежат ниже линейной зависимости (6).

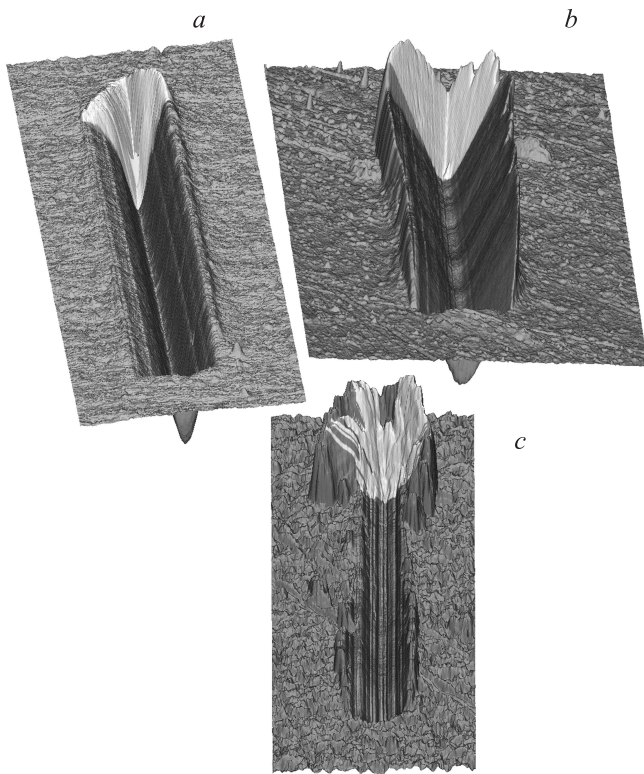
Особенностью царапин на поверхности образцов технического и наноструктурированного титана является формирование значительного навала перед движущимся индентором. Такое явление не наблюдается для остальных образцов, кроме стекла при царапании с нагрузкой 100 мН. Образование навала может быть связано с процессом „сдирания“ боковых навалов, являющимся разновидностью абразивного изнашивания. В этом случае областью, несущей нагрузку, является лишь часть полной проекции навала, поскольку перед индентором возможно образование стружки, не относящейся к контакту индентор–образец. В работе [16] при исследовании аналогичного эффекта при царапании латуни, алюминия и меди четырехгранной пирамидой Виккерса („ребром вперед“, нагрузки 7 и 50 Н) на основании наблюдений принималось, что в контакте с передними гранями индентора находится участок навала, по площади равный



**Рис. 4.** Зависимость  $(h + h_{p-u})/h$  от параметра  $\ln X$  для исследованных образцов. Буквы у точек соответствуют обозначениям образцов в таблице.

области контакта ниже уровня исходной поверхности образца. Усредненное значение  $h_{p-u}$  для образцов титана, определенное в настоящей работе, отлично от нуля, что позволяет отнести деформацию к смешанному типу, включающему как пластическое течение материала, так и его разрушение. Смешанная деформация титана 99.99 при царапании коническим алмазным индентором ( $\vartheta = 47^\circ$ ) изучалась авторами работы [17], глубина царапания была равна 50–120 мкм. Согласно [17], в случае смешанной деформации при царапании навал перед движущимся индентором имеет сложное составное строение. В полную площадь контакта при вычислении твердости должны входить как область, соответствующая пластическому течению материала и находящаяся ниже уровня невозмущенной поверхности, так и участок сильно деформированного материала выше исходного уровня, из которого в дальнейшем формируется стружка. Исследования тонких пленок титана методом наносклерометрии были проведены в работе [18]. Царапание проводилось с помощью пирамиды Берковича с увеличением нагрузки до максимального значения 5 мН. Было обнаружено, что значение горизонтальной тянущей силы при царапании по схеме „гранью вперед“ более чем в 2 раза превышает значение при царапании „ребром вперед“ при одинаковой величине нормальной нагрузки. Такое различие может указывать на увеличение объема материала перед движущимся индентором при царапании „гранью вперед“, поскольку в этом случае деформация является более разрушающей. Однако морфология навала перед индентором в указанной работе детально не исследовалась, отмечалось лишь образование навалов по сторонам царапины.

В настоящей работе для всех исследованных образцов во всем диапазоне нагрузок использовалась единая схема



**Рис. 5.** Результаты применения алгоритма для образцов стекла (а), железа (b) и наноструктурированного титана (с). Светло-серым выделена область контакта индентора с поверхностью, темно-серым — царапина, состоящая из остаточной борозды и навалов.

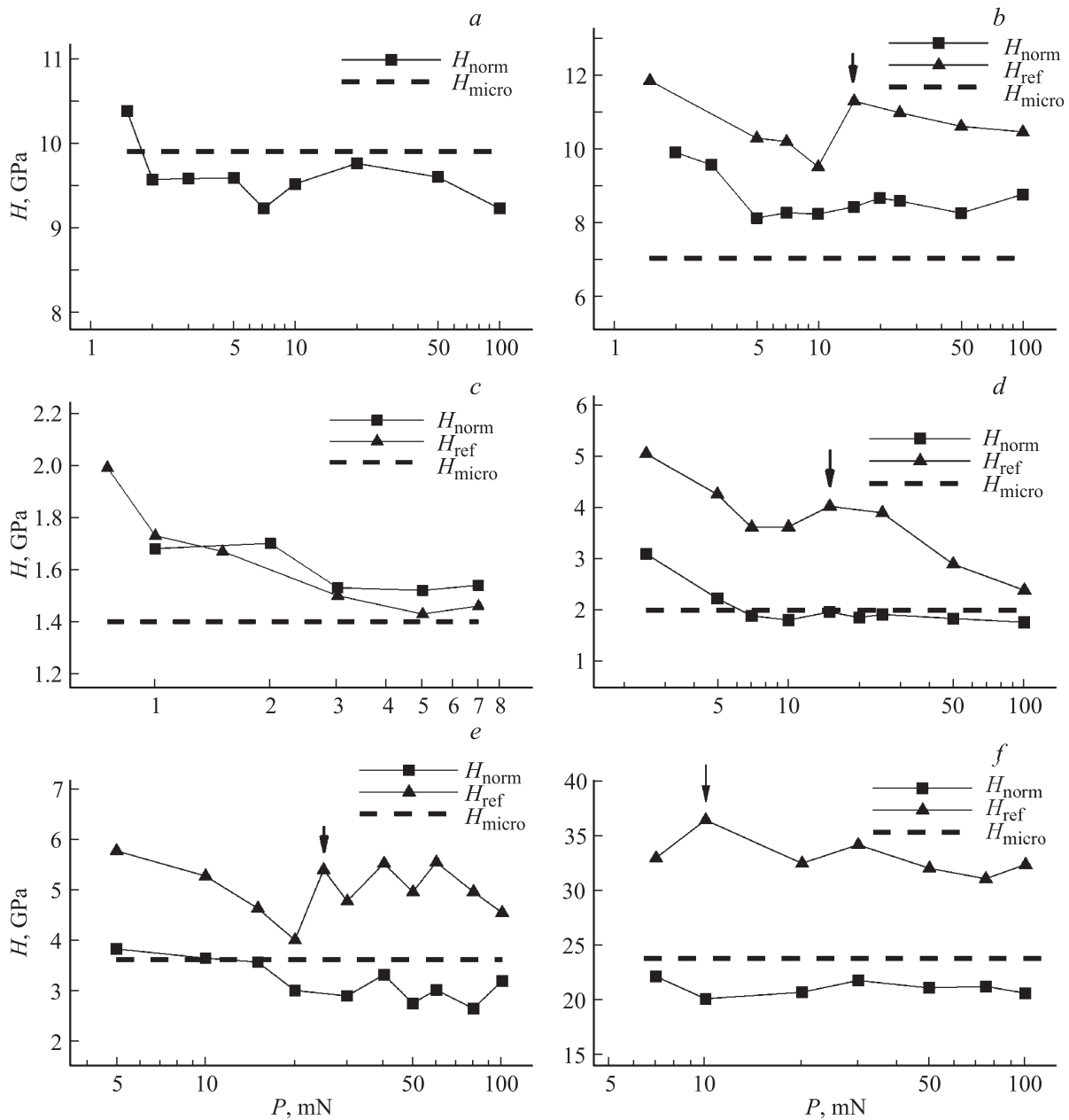
определения границы контакта, однако форма границы была извилистой для образцов титана и гладкой для всех остальных. Кроме того, для технического и наноструктурированного титана потеря контакта индентор–образец происходила значительно ниже уровня вершин, а для остальных образцов практически совпадала с вершинами навалов. Для иллюстрации на рис. 5 приведены результаты применения алгоритма для образцов стекла, железа и наноструктурированного титана. Следует отметить также, что сканирование поверхностей с неровностями рельефа, сравнимыми с характерными размерами рабочей области зонда сканирующего микроскопа (острие наконечника), приводит к значительным искажениям в СЗМ-изображениях [19]. В данном случае форма внешних областей навалов перед индентором связана со сканированием рельефа боковой поверхности наконечника и не отображает реальную морфологию этой части навала или стружки. Однако для анализа используется внутренняя часть навала, для которой данный эффект незначителен.

На рис. 6 приведены зависимости от нагрузки значений твердости для различных методик:  $H_{\text{ref}}$ , рассчитанная при использовании меры твердости (плавленый кварц) по формуле (1), а также  $H_{\text{norm}}$ , полученная как отношение  $P/A_{\text{norm}}^{\text{act}}$ . При вычислении  $H_{\text{ref}}$  использовалось

значение микротвердости  $H_{\text{micro}}$ . Для каждой нагрузки производилось усреднение данных по трем царапинам. Видно, что для образца железа значения твердости, полученные методом склерометрии с помощью двух различных методик, практически одинаковы во всем диапазоне приложенных нагрузок. В данном случае морфология фронта царапины такова, что отсутствие навала в области, где ребро пирамиды разрезает материал, компенсируется его поднятием возле передних граней. Для стекла, титана и сапфира учет навала перед индентором снижает значение твердости. Твердость  $H_{\text{norm}}$  для образца плавленого кварца, использующего в качестве меры твердости, отличается от  $H_{\text{micro}}$  не более чем на 7%. Стрелками на рис. 6 отмечено возрастание  $H_{\text{ref}}$ , соответствующее началу абразивного изнашивания при увеличении нагрузки. Частичное „сдирание“ боковых навалов приводит к эффективному уменьшению ширины царапины и увеличению  $H_{\text{ref}}$ . Однако при вычислении  $A_{\text{norm}}^{\text{act}}$  учитываются участки как ниже, так и выше исходной поверхности, и соответствующего увеличения  $H_{\text{norm}}$  не отмечается. Следует отметить также, что разброс значений  $H_{\text{ref}}$  и  $H_{\text{norm}}$  для наноструктурированного титана больше, чем для остальных образцов.

Для исследования морфологии царапины при изменении механизма деформации были выбраны стекло и сапфир, для которых навалы по сторонам царапины имели более сглаженную форму, чем для образцов титана. Значение  $K_{1C}$  составляет 1.1 и 3.5 МПа · м<sup>1/2</sup> для стекла и сапфира соответственно, и, согласно формуле (5), переход к хрупкому разрушению должен происходить при увеличении размера отпечатка (ширины царапины) примерно до 8 μm. Однако образование обломков наблюдается уже при ширине царапины 1 μm для сапфира и 3 μm для стекла, что соответствует нагрузкам 10–20 мN. При дальнейшем увеличении нагрузки начинается интенсивное разрушение навалов, сопровождающееся при  $P = 100$  мN формированием стружки перед движущимся индентором на поверхности стекла и образованием выраженных трещин на сапфире.

На рис. 7 приведены зависимости отношения объема материала, вытесненного на поверхность (навала), к объему царапины, расположенному ниже уровня исходной поверхности. Согласно формуле (4), это отношение можно отождествить с величиной  $1 - f_{\text{ab}}$ . Объемы вычислялись для участков царапины, не содержащих обломков на поверхности. На том же рисунке приведены зависимости от нагрузки отношения усредненной высоты навала  $h_{p-u}$  к глубине царапины  $h$ . Уменьшение  $1 - f_{\text{ab}}$  и  $h_{p-u}/h$  при увеличении нагрузки указывает на увеличение вклада хрупкого разрушения в общую деформацию материала, максимумы на кривых соответствуют нагрузкам перед началом разрушения. При этом зависимости  $1 - f_{\text{ab}}$  и  $h_{p-u}/h$  от  $P$  для стекла располагаются близко, поскольку ширина царапины в плоскости исходной поверхности образца приблизительно совпадает с суммарной шириной навала. Для сапфира ширина навалов больше, чем ширина царапины,



**Рис. 6.** Зависимость твердости от нормальной нагрузки для исследованных материалов. *a* — плавленый кварц КУ, *b* — стекло К8, *c* — армо-железо, *d* — титан ВТ 1-0, *e* — наноструктурированный титан, *f* — сапфир. Стрелками отмечены значения, соответствующие началу абразивного изнашивания.

и  $1 - f_{ab} > h_{p-u}/h$  во всем диапазоне нагрузок. Данный результат согласуется с разным отношением  $E/H_{micro}$  для этих образцов: упругая деформация стекла перераспределяет материал на более удаленное расстояние от царапины. С этим же эффектом связано отличие  $f_{ab}$  от нуля в области нагрузок до начала хрупкой деформации. Зависимости  $f_{ab}(P)$  могут быть полезны при определении оптимальных режимов обработки поверхности хрупких материалов.

В измерениях твердости  $H_{ref}$  основной вклад вносят два источника ошибок. Первый зависит от величины неопределенности измерения твердости стан-

дартного материала. В наших измерениях стандартным материалом служит образец плавленого кварца с неопределенностью измерения твердости около 5%. Второй причиной ошибки является точность определения границы царапины, что особенно критично для царапин с небольшой нагрузкой. Критерием определения границы выбраны вершины навала или для случая, если навал не образуется, отклонение профиля сечения царапины от уровня недеформируемой поверхности на величину, превышающую среднеарифметическую шероховатость или сигнал шума пьезосканера микроскопа.

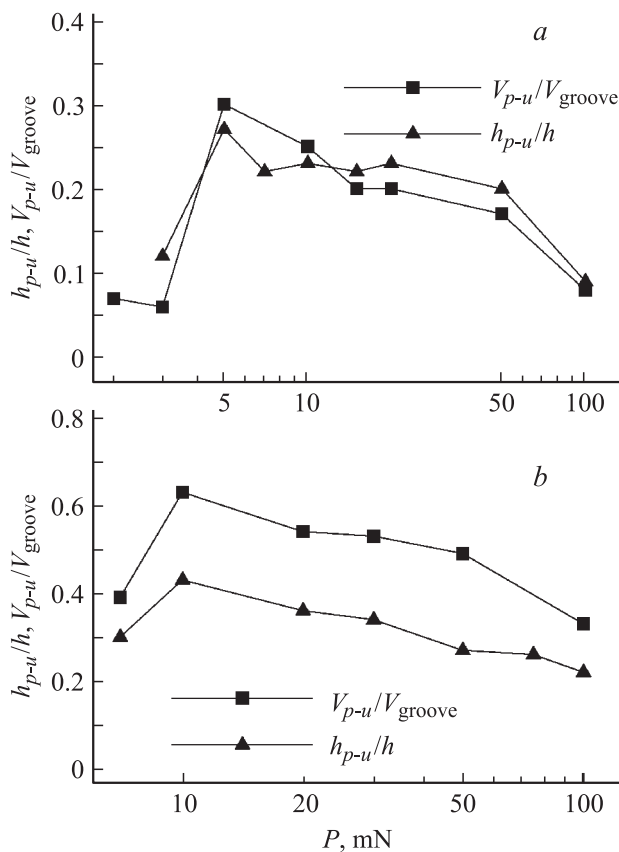


Рис. 7. Зависимости от нагрузки отношений суммарного объема навала  $V_{p-u}$  к объему царапины  $V_{groove}$  и усредненной высоты навала к глубине царапины  $h_{p-u}/h$  для стекла (a) и сапфира (b).

Погрешность измерения твердости  $H_{norm}$  в основном зависит от точности определения границы площади контакта  $A_{norm}^{act}$ . Погрешность  $A_{norm}^{act}$  обусловлена следующими составляющими, зависящими от шага сканирования: погрешность при присвоении определенной точке значения граничной и погрешность, связанная с площадью граничных ячеек, которые принадлежат контактной границе лишь частично.

Суммарная погрешность для обеих методик не превышала 10%. Однако метод вычисления площади контакта по конечному участку остаточной царапины позволяет учесть особенности ее морфологии для материалов с различным соотношением упругих и пластических свойств, а также при воздействии деформации смешанного типа.

## 5. Заключение

Таким образом, проведенные исследования указывают на возможность применения разработанного нами алгоритма вычисления площади проекции контакта индентора с образцом для измерения твердости методом царапания. Автоматическое вычисление степени абразивного

изнашивания позволяет сделать выводы о начале хрупкого разрушения материалов на нано- и субмикронных масштабах.

Авторы выражают благодарность Л.Ф. Соловьевой за подготовку образцов для исследований, а также А.С. Усеинову за интерес к работе и полезные дискуссии.

## Список литературы

- [1] К.В. Гоголинский, Н.А. Львова, А.С. Усеинов. Завод. лаб. Диагностика материалов **73**, 28 (2007).
- [2] Y. Chen, S.R. Bakshi, A. Agarwal. Surf. Coating Technol. **204**, 2709 (2010).
- [3] K. Balani, S.P. Harimkar, A. Keshri, Y. Chen, N.B. Dahotre, A. Agarwal. Acta Mater. **56**, 5984 (2008).
- [4] A.S. Useinov, S.S. Useinov. Phil. Mag. **92**, 3188 (2012).
- [5] К.В. Гоголинский, В.Н. Решетов, А.С. Усеинов. Мир измерений **8**, 41 (2010).
- [6] В.К. Григорович. Твердость и микротвердость металлов. Наука, М. (1976). 230 с.
- [7] M. DeVatnaire, F. Delamare, E. Felder. Wear **66**, 55 (1981).
- [8] J.A. Williams. Trib. Int. **29**, 675 (1996).
- [9] S.R. Bakshi, D. Lahiri, R.R. Patel, A. Agarwal. Thin Solid Films **518**, 1703 (2010).
- [10] J.L. Bucaille, E. Felder, G. Hochstetter. Wear **249**, 422 (2001).
- [11] Е.М. Морозов, М.В. Зернин. Контактные задачи механики разрушения. Либроком, М. (2010). С. 77.
- [12] A. Krupicka, M. Johansson, A. Hult. Prog. Organ. Coating **46**, 32 (2003).
- [13] И.А. Широков, В.В. Соловьев, Н.А. Львова. ЖТФ **80**, 12, 62 (2010).
- [14] К.С. Кравчук, Н.А. Львова, В.В. Медведев, Л.Ф. Соловьева, И.А. Широков. Завод. лаб. Диагностика материалов **78**, 37 (2012).
- [15] Р.З. Валиев, И.В. Александров. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. Логос, М. (2000). С. 198.
- [16] A.A. Torrance. Wear **123**, 87 (1988).
- [17] H. Wang, G. Subhash. J. Mech. Phys. Solids **50**, 1269 (2002).
- [18] S. Labdi, A. Jellad, O. Maciejak. Surf. Coating Technol. **201**, 113 (2006).
- [19] В.Л. Миронов. Основы сканирующей зондовой микроскопии. Ин-т физики микроструктур РАН, Н. Новгород (2004). С. 39.