

15

Определение формы инденторов нанотвердомеров интерферометрическим способом

© Т.В. Казиева¹, А.П. Кузнецов¹, К.Л. Губский¹, М.В. Понарина¹,
В.Н. Решетов²

¹ Национальный исследовательский ядерный университет МИФИ, Москва

² Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных

материалов, Москва, Троицк

E-mail: glizerogen@gmail.com

Поступило в Редакцию 26 сентября 2016 г.

Предложен способ определения функций площади поверхности алмазных инденторов нанотвердомеров с помощью метрологического атомно-силового микроскопа с трехкоординатным лазерным интерферометром. Были проведены измерения формы граней ряда инденторов типа пирамиды Берковича. Точность измерения координат точек поверхности индентора составила 1 нм. Показано, что в процессе использования инденторов происходит изменение формы их вершины, в частности на первых 100 нм отклонение от идеальной пирамидальной формы может превышать 30 нм. Таким образом, одним из способов верификации функции площади поверхности индентора может быть периодическая поверка инденторов на метрологическом атомно-силовом микроскопе.

DOI: 10.21883/PJTF.2017.03.44223.16487

В настоящее время существует три уровня нагрузок, при которых определяется твердость [1]: макроуровень — $2H < F < 30 \text{ kN}$, микроуровень — $F < 2H$, $h > 0.2 \mu\text{m}$ и наноуровень, когда $F < 2H$, $h < 0.2 \mu\text{m}$. Здесь F — нагрузка, h — глубина индентирования. Подробно процедура инструментального наноиндентирования описана в ГОСТ Р 8.748-2011 и ISO 14577-1:2002. Измерение твердости на нанометровом масштабе линейных размеров чрезвычайно актуально при исследовании тонких пленок и покрытий, а также при изучении свойств отдельных фазовых и структурных составляющих различных сплавов.

К методам измерения твердости на субмикронном и нанометровом масштабах на сегодняшний день относятся: методы вдавливания наконечника известной формы (индентора) в материал (наноиндентирование) и метод нанесения царапин (склерометрия) [2]. Обычно для измерительного индентирования используются алмазные 3-гранные пирамиды Берковича (угол между гранью и высотой 65°), 4-гранные — Виккерса (угол между гранями 136°) или пирамида в виде угла куба (угол между гранью и высотой 35°) [3]. Эти инденторы удовлетворяют принципу самоподобия, т.е. по мере их углубления в однородный материал картина деформаций и механических напряжений, охватывая все большую область, остается подобной той, что была на начальных участках погружения индентора в материал.

При инструментальном индентировании производится измерение зависимости приложенной к индентору нагрузки от глубины его внедрения в исследуемый материал. Международный стандарт ISO 14577 : 2002 регламентирует следующий метод определения твердости H :

$$H = F/A(h),$$

где F — измеренная величина прикладываемой нагрузки [N], $A(h)$ — площадь поверхности индентора, ограниченная плоскостью, перпендикулярной оси индентора при его внедрении в исследуемый материал на глубину h [m]. Метод определения твердости и модуля Юнга материала путем снятия кривых нагружения и разгрузки в материал был развит Оливером и Фарром [4] и лег в основу современных стандартов проведения измерений методом инструментального индентирования [5]. Величина площади поверхности индентора $A(h)$ определяется исходя из формы используемого наконечника и носит название функции площади индентора. При проведении индентирования, особенно на твердых материалах, геометрия наконечника изменяется, в частности происходит округление (затупление) кончика, стачивание ребер, могут возникать сколы и выщерблены. Все эти параметры влияют на площадь поверхности наконечника зонда и, как следствие, на расчетные значения механических характеристик материала. Таким образом, для проведения достоверных измерений нанотвердости при внедрении индентора на глубину, не превышающую 200 nm, требуется обеспечение метрологического контроля формы наконечника индентора с нанометровой точностью.

В настоящее время существует несколько способов определения функции площади поверхности наконечников зондов: метод измерения площадей отпечатков при индентировании с различными нагрузками исследуемого наконечника в эталонный материал с помощью оптического или сканирующего зондового микроскопов [6] или прямое измерение формы поверхности наконечника зонда в сканирующем зондовом микроскопе [7]. Однако все эти методы, относящиеся к характеристике геометрии поверхности, не имеют прямой прослеживаемости к первичному эталону длины и, следовательно, не являются метрологическими и приводят к вариациям функции площади индентора, не позволяющим проводить измерения с неопределенностью меньше 5%.

Для метрологически корректного измерения функций площади поверхности наконечников зондов нанотвердомеров авторы статьи использовали способ измерения функции поверхности наконечника с помощью трехосевого интерферометра линейных перемещений [8], сопряженного с атомно-силовым микроскопом [9]. Компактность оптического модуля интерферометра позволяет размещать его непосредственно в нанотвердомере, индентор которого исследуется, и соответственно исключить ошибку, связанную с изменением угла наклона наконечника при перестановке.

Оптическая схема интерферометра представлена на рис. 1. В качестве источника излучения в интерферометре используется частотно-стабилизированный He–Ne-лазер мощностью 1 mW с относительной нестабильностью длины волны излучения 10^{-9} за 8 h работы (ЛГН-303). В интерферометр излучение вводится по одномодовому оптоволоконному кабелю, сохраняющему поляризацию, что позволило вынести сам лазер из оптического блока и тем самым минимизировать влияние температурных дрейфов оптических плеч интерферометра. Гетеродинные каналы интерферометра формируются с помощью акустооптического модулятора (АОМ) и поляризационной призмы PBS. Зеркала $M_1 - M_9$ формируют три гетеродинных интерферометра, измеряющих перемещения пьезостола, на котором в качестве отражателей закреплены трипель-призмы (ТР) в трех ортогональных плоскостях [8]. Для ввода излучения в трипель-призму вертикальной оси Z используются уголко-вые призмы P . Согласование поляризации осуществляется с помощью полуволновой фазовой пластинки ($\lambda/2$). После оптического смешения на зеркалах $M_{10,11,12}$ излучение всех трех измерительных каналов с помощью коллиматоров FP вводится в соответствующие оптические

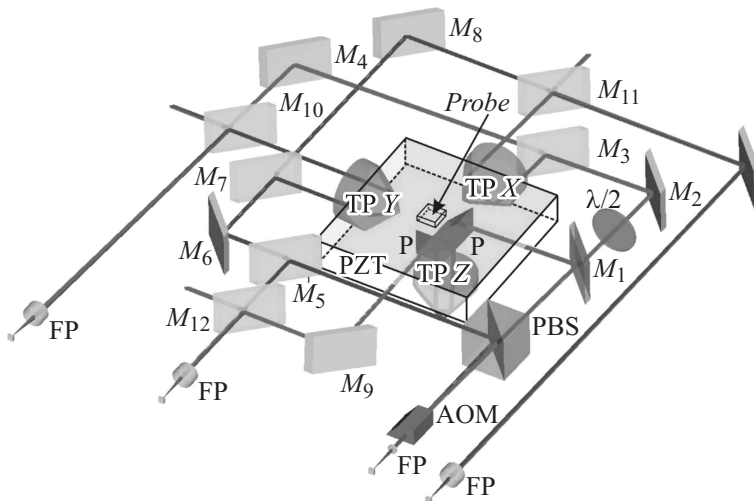


Рис. 1. Оптическая схема трехкоординатного гетеродинного интерферометра: FP — коллиматоры; AOM — акустооптический модулятор; M_1 – M_{12} — зеркала; TP X, TP Y, TP Z — трипель-призмы осей X, Y, Z; P — призма; PZT — пьезокерамический трехкоординатный нанопозиционер.

волокна, по которым транспортируется в аналого-цифровой модуль фоторегистрации и обработки сигналов трехкоординатного интерферометра (рис. 1). На пьезокерамическом трехкоординатном нанопозиционере (PZT) размещается пьезокерамический зонд камертонного типа, включенный в состав автогенераторной схемы возбуждения колебаний.

Исследуемый индентор подводится системой позиционирования нанотвердомера к сканирующему пьезозонду, на котором закреплена тестовая решетка (например, TGF, TGX, TGT [9]), представляющая собой периодические структуры известной геометрии на поверхности кремниевой монокристаллической пластины. Взаимное расположение тестовой структуры типа TGT и наконечника зонда представлены на рис. 2, а.

Измерения формы поверхности наконечника зонда проводятся аналогично стандартной процедуре, используемой в сканирующей зондовой микроскопии. Рельеф поверхности индентора, полученный на основе

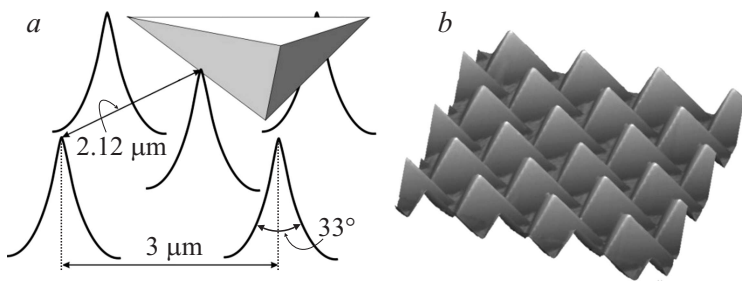


Рис. 2. *a* — изображения тестовой структуры типа TGT, *b* — пример изображения тестовой структуры типа TGT, полученного в результате ее сканирования наконечником зонда.

сигналов интерферометра при сканировании структурой TGZ, представлен на рис. 2, *b*.

С помощью описанной измерительной системы были определены функции площади трех инденторов различных нанотвердомеров. Все они отличались геометрическими параметрами, при этом наконечник № 1 продолжительное время использовался для наноиндентирования, наконечники № 2 и 3 не были в эксплуатации. Полученные функции формы поверхностей инденторов представлены на рис. 3, *a*. На графиках сплошной линией изображена теоретическая зависимость площади поверхности наконечника в виде пирамиды Берковича от глубины погружения [10].

Как видно из представленных зависимостей, функция площади поверхности представленных зондов отличается от теоретической зависимости функции пирамиды Берковича. Это связано с несколькими факторами: радиус скругления наконечника, заявляемый производителем, может варьироваться в пределах 50–150 nm; наконечник в нанотвердомере установлен под некоторым углом относительно нормали; происходит изменение формы в ходе эксплуатации. Для инденторов № 2 и 3 зависимость имеет квадратичный характер, а для наконечника № 1 она близка к линейной; это свидетельствует о том, что форма зонда № 1 сильно изменилась в результате взаимодействия с твердыми поверхностями.

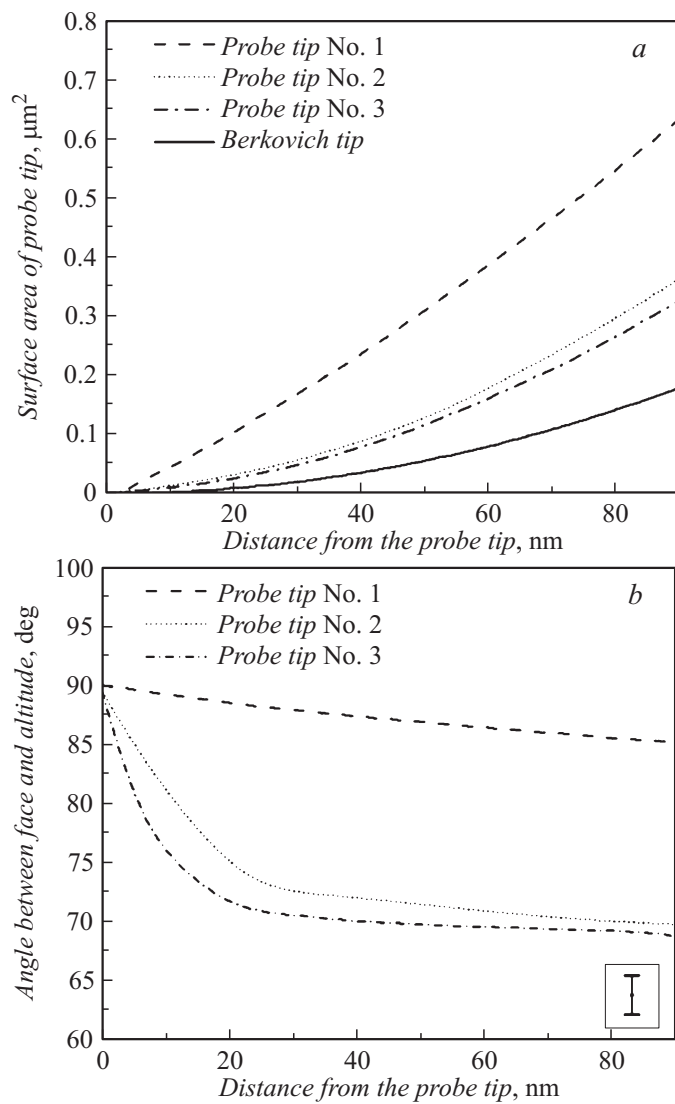


Рис. 3. Графики зависимости площади поверхности инденторов (a) и угла между гранью и высотой (b) от высоты.

Представленные на рис. 3, *a* зависимости могут быть аппроксимированы функциями

$$A(h) = (19.3 \pm 0.2) \cdot 10^{-6}h^2 + (54.3 \pm 0.2) \cdot 10^{-4}h - \text{наконечник № 1,}$$

$$A(h) = (35.9 \pm 0.2) \cdot 10^{-6}h^2 + (8.0 \pm 0.2) \cdot 10^{-4}h - \text{наконечник № 2,}$$

$$A(h) = (32.8 \pm 0.1) \cdot 10^{-6}h^2 + (6.9 \pm 0.1) \cdot 10^{-4}h - \text{наконечник № 3,}$$

где h — расстояние от вершины наконечника зонда.

Коэффициент перед линейным членом функции площади поверхности индентора № 1 на порядок больше, чем для остальных инденторов. Это соответствует выводу о том, что радиус скругления кончика индентора № 1 стал гораздо больше в результате взаимодействия с твердыми материалами.

На рис. 3, *b* представлены зависимости угла между гранью наконечника и высотой для всех трех зондов. Для идеальной пирамиды Берковича величина угла составляет 65° . Как видно, даже у образцов № 2 и 3 наблюдается отклонение угла при вершине. Для образца № 1 во всем диапазоне измерений (до 100 nm) угол при вершине больше 85° .

Предложенный способ определения функции площади поверхности индентора нанотвердомера с помощью трехкоординатного интерферометра линейных перемещений, сопряженного с атомно-силовым микроскопом, не только позволяет осуществлять оперативный контроль формы острия индентора, но и обеспечивает прослеживаемость результатов измерения твердости к единицам длины и силы. Сканирование наконечника периодической тестовой структурой приводит к тому, что каждый кадр топографии (рис. 2, *b*) содержит несколько изображений индентора, это дает возможность статистической обработки результатов и повышает точность проводимых измерений. Реализованная методика является оперативной и технически простой и может быть использована для периодической проверки функции площади поверхности инденторов нанотвердомеров.

Данная работа выполнена при поддержке Министерства образования и науки РФ (соглашение о предоставлении субсидии № 14.577.21.0088, уникальный идентификатор проекта RFMEFI57714X0088), а также при финансовой поддержке из средств Программы повышения конкурентоспособности НИЯУ МИФИ (приказ НИЯУ МИФИ от 19.10.2015 г. № 292/4).

Список литературы

- [1] DIN EN ISO 14577-1. Metallische Werkstoffe — Instrumentierte Eindringprüfung zur Bestimmung der Härte und anderer Werkstoffparameter. Teil 1: Prüfverfahren.
- [2] Усеинов С., Соловьев В., Гоголинский К. и др. // Наноиндустрия. 2010. № 2.
- [3] ГОСТ 9377-81. Наконечники и бойки алмазные к приборам для измерения твердости металлов и сплавов. М.: Изд-во стандартов, 1987.
- [4] Oliver W.C., Pharr G.M. // J. Mater. Res. 1992. V. 7. N 6. P. 1564–1583.
- [5] ГОСТ Р 8.748-2011(ИСО 14577-1:2002) Государственная система обеспечения единства измерений. Металлы и сплавы. Измерение твердости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании. М.: Стандартинформ, 2013.
- [6] Chudoba T., Jennett N.M. // J. Phys. D: Appl. Phys. 2008. V. 41. P. 215407.
- [7] Useinov A.S., Kravchuk K.S., Rusakov A.A et al. // J. Phys. Procedia. 2015. V. 72. P. 194–198.
- [8] Kuznetsov A.P., Gubskiy K.L., Reshetov V.N. et al. // Proc. SPIE. 2015. 9636.96360R.
- [9] <http://nanoscan.info>
- [10] ГОСТ Р 8.628-2007. Государственная система обеспечения единства измерений. Меры рельефные нанометрового диапазона из монокристаллического кремния. М.: Стандартинформ, 2011.