

УДК 621

Мурзин Л.М., доцент, канд. техн. наук*Севастопольский национальный технический университет**ул. Университетская, 33, г. Севастополь, Украина, 99053**turzin60@rambler.ru***НАНО И МИКРОТВЕРДОСТЬ. АНАЛИЗ ИСТОЧНИКОВ ПОГРЕШНОСТЕЙ ИЗМЕРЕНИЯ**

В настоящей работе представлены результаты анализа источников погрешностей при измерении микро и нанотвердости. Проанализированы особенности формообразования углублений при индентировании и отпечатков, оставляемых индентором на поверхности испытуемых образцов. Особое внимание уделено проблеме точности измерения нанотвердости и роли упругих последствий в искажении формы отпечатков.

Ключевые слова: нанотвердость, микротвердость, упругое последствие, пластическая деформация, погрешность измерения.

Под твердостью понимается свойство поверхностного слоя оказывать сопротивление упругой и пластической деформации (или разрушению) при местных контактных воздействиях со стороны другого, более твердого тела (индентора), имеющего определенную форму и размер [1]. Международный стандарт ISO 14577 выделяет в подобных испытаниях три диапазона: макро – ($2 H \leq P \leq 30000$ Н), микро – ($P < 2$ Н, $h > 20$ нм) и нано – ($h \leq 20$ нм). Здесь P – сила вдавливания индентора; H – твердость; h – глубина отпечатка.

Приведенные критерии весьма формальны, поскольку не основаны на каких-либо принципиальных положениях. Существует физически обоснованная классификация методов локальных силовых испытаний, принимающая во внимание характер изменения твердости как функции от приложенной к индентору силы P (или глубины отпечатка h), доли пластической деформации в общей (с учетом вклада упругой), ее доминирующих микромеханизмов.

Наноиндентирование (синонимы – кинетическое или непрерывное индентирование, depth sensing testing, ultra-low-load indentation, instrumented indentation) фактически выделилось в особое направление тестирования материалов, однако традиционно воспринимается большинством исследователей в качестве одного из разделов твердометрии. Результаты измерения твердости при наноиндентировании, т.е. при непрерывном вдавливании индентора, сравниваются с результатами измерения твердости по остаточному отпечатку, что приводит к несопоставимым оценкам величины твердости. Известно, что с уменьшением величины нагрузки возрастает численное значение твердости, полученное с помощью применяемых методик расчета. При наноиндентировании используются предельно малые величины нагрузок, поэтому твердость, определенная при таких исследованиях, как правило, завышена по сравнению с общеизвестными характеристиками исследованных материалов.

Измерение нанотвердости в основном ограничено исследованиями свойств тонких и толстых пленок, покрытий, т.е. поверхностных объектов с малой толщиной. Исследование твердости и микротвердости таких объектов, начатое практически с момента зарождения твердометрии, представляет значительную научно-техническую проблему и способствует развитию теории деформации и разрушения твердых тел. В 1937 году создан новый тип индентора – пирамида Кнуппа, а в 1948 году Гродзинский применил в качестве индентора двойной конус. Разработка этих типов инденторов была обусловлена проблемами измерения твердости тонких пленок и покрытий. В настоящее время возник особый интерес к нанотвердометрии в связи с техническим перевооружением используемого для этой цели оборудования и широким внедрением новых информационных технологий, средств ПЭВМ. Инструментальной базой для нанотвердометрии выбран индентор Берковича, а специализированные для задач измерения твердости покрытий и тонких пленок инденторы Кнуппа и Гродзинского оказались невостребованными.

Активно развивается направление исследования комплекса свойств и явлений, протекающих в деформируемом материале. Метод кинетического индентирования позволяет определять модуль упругости, изучать ползучесть и релаксацию напряжений, обнаруживать гистерезисные потери энергии при знакопеременном нагружении, определять показатели вязкости разрушения, пористость, степень адгезии, прочностные характеристики, толщину тонких пленок и покрытий и т.д. В прекрасном обзоре Ю.И. Головина [2] дается детальный и скрупулезный анализ деформационных явлений и научных оснований применения методик определения и оценки различных физических и механических характеристик материалов различной природы, однако взаимоотношение методик наноиндентирования и микроиндентирования осталось за пределами внимания автора работы.

Модельные представления явления индентирования и методы количественной оценки результатов твердометрии должны быть согласованы с указанными физическими различиями в макро-, микро- и наноявлениях, происходящих при индентировании. Тем не менее, в настоящее время появилось много

публикаций, в которых результаты измерения микротвердости оцениваются с позиций нанотвердометрии. В работе [3] искусственно расширяется диапазон применения метода микротвердометрии в область нанотвердометрии без учета особенностей формообразования углублений при непрерывном индентировании и остаточных отпечатков при классических методах микротвердометрии.

Цель настоящей работы – выполнить анализ роли искажений формы углублений и отпечатков в точной оценке величины микро и нанотвердости.

Одной из причин возникновения ошибок при определении величины микротвердости путем измерения размера отпечатка является искажение его формы. Особенно велика роль искажений при сопоставлении измерений микротвердости и так называемой «нанотвердости». Понятие «нанотвердость» вошло в употребление сравнительно недавно и пока не имеет четко определенных границ применения, а часто используется совместно с понятием «микротвердость». Известно, что форма отпечатка может быть двух видов: с утолщениями (рисунок 1, а) и с усадкой (рисунок 1, б).

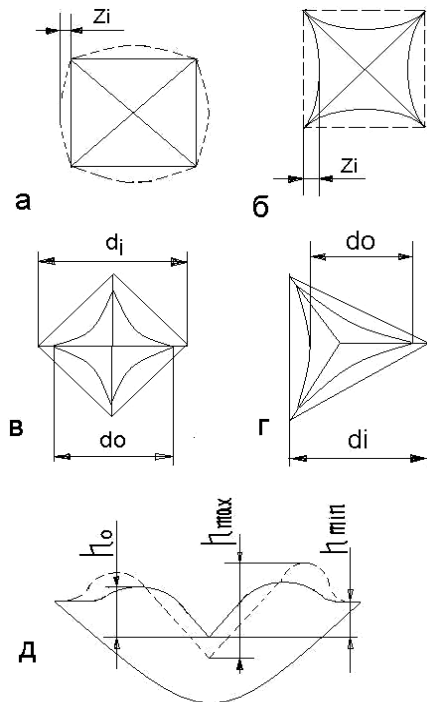


Рисунок 1– Виды состояний деформированного объема материала при измерении твердости: а – образование усадки; б – образование утолщений; в – индентирование пирамидой Виккерса; г – индентирование пирамидой Берковича; д – сечение углубления (пунктир) и отпечатка (сплошная линия); d_i – диагональ углубления при внедрении индентора; d_o – диагональ отпечатка после удаления индентора; h – глубина углубления при индентировании; h_{max} – максимальная глубина углубления; h_{min} – минимальная глубина отпечатка; h_o – глубина отпечатка с навалами; i – индекс, означающий случайный характер величины измеряемого показателя Z_i .

Образование утолщений по краям отпечатка происходит при измерении твердости упрочняющихся материалов. Результат измерения твердости завышен. В современной трактовке образование утолщений соответствует явлению упругого прогиба стенок отпечатка и получило название “sink in”, а образование усадки соответствует образованию пластического навала вокруг отпечатка и получило название “pile up”. Эта интерпретация прямо противоположна версии работы [1]. Если отпечаток имеет искаженную форму, то расчет его поверхности будет неточным. О’Нейл в работе [2][O’Neill The hardness of metals and its measurement, London, Chapman and Hall, 1935, p.39–40] предложил более точный метод расчета поверхности отпечатка. Для этого он преобразовал проекцию искаженного отпечатка, делая ее квадратной. Полученная таким путем сторона квадрата a' будет равна:

$$a' = \frac{d}{\sqrt{2}} \pm Z. \quad (1)$$

Величина поверхности отпечатка может быть рассчитана по уравнению:

$$O = \left(\frac{d}{\sqrt{2}} \pm Z \right)^2. \quad (2)$$

Величина твердости по Виккерсу определяется из выражения:

$$HV = \frac{P \cdot 1,8544}{2 \left(\frac{d}{\sqrt{2}} \pm Z \right)^2}. \quad (3)$$

О’Нейл показал, что погрешность при измерении твердости, обусловленная искажением краев отпечатка, может достигать 10%. На рисунке 2 показан отпечаток, приведенный в работе [3]. Величина утолщения, обозначенного буквой Z, равна 23 нм при диагонали отпечатка равном 692 нм. Погрешность

в определении величины твердости с учетом утолщения составляет 4,7% в сравнении с величиной твердости, определенной по стандартной формуле без учета искажения формы отпечатка.

Следует отметить, что в методиках измерения диагонали отпечатков, оставляемых пирамидой Виккерса и пирамидой Берковича, имеются существенные различия. В случае пирамиды Виккерса измерение диагонали отпечатка d_o (см. рисунок 1, в) может производиться без учета величины упругого восстановления Z . При измерении отпечатка в случае пирамиды Берковича величина упругого восстановления Z однократно участвует в оценке твердости и определяется длиной медианы d_o (см. рисунок 1, г), но не учитывается в оценке диагонали углубления d_i при внедрении индентора по методике непрерывного вдавливания, применяемого в современных нанотвердомерах. Величина упругого восстановления в форме «навала» немонотонно изменяется от максимальной величины при внедрении индентора в процессе наноиндентирования до минимальной величины при удалении индентора из углубления, т.е. при образовании остаточного отпечатка.

Таким образом установлено существенное влияние искажений формы отпечатков при микроиндентировании и роль таких искажений в оценке величины твердости, измеренной по остаточному отпечатку. Различие в подходах, применяемых при микроиндентировании и наноиндентировании и связанное с разным учетом величины и направления упругого восстановления материала, прилегающего к индентору, вызывает обоснованные сомнения в возможности расширения применения методики микроиндентирования в области нанотвердомерии.

Дальнейшее развитие работы предполагает анализ погрешностей в определении нанотвердости по методике микротвердости, т.е. по остаточному отпечатку. Погрешности, связанные с величиной и формой «навала», возникающего вокруг остаточных отпечатков и при непрерывном вдавливании индентора, имеют специфические особенности, поэтому оценка роли этих особенностей может быть получена на основе специального анализа.

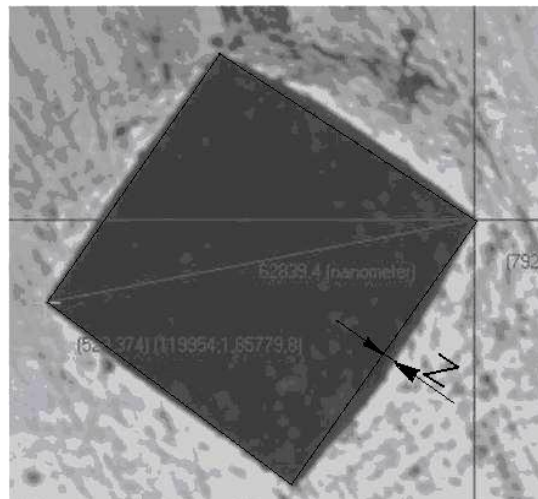


Рисунок 2 – Отпечаток с усадкой величиной Z

Бibliографический список использованной литературы

1. Испытания металлов. Сборник статей под ред. К.Нитше. — М.: Металлургия, 1967. — 452 с.
2. Головин Ю.И. Наноиндентирование и механические свойства твердых тел в субмикрообъемах, тонких приповерхностных слоях и пленках / Ю.И. Головин // ФТТ. — 2008. — Том 50. — Вып. 12. — С. 2113–2142.
3. Мощенок В.И. Измерение микротвердости с наноточностью / В.И. Мощенок, Н.А. Лалазарова, О.Н. Тимченко // Сверхтвёрдые материалы. — 2004. — № 6. — С. 16–33.

Поступила в редакцию 28.06.2010 г.

Мурзін Л.М. Нано і мікротвердість. Аналіз джерел погіршень вимірювання

У даній роботі представлені результати аналізу джерел погіршень при вимірюванні мікро і нанотвердості. Проаналізовані особливості формоутворення поглиблень при індентуванні і відбитків, що залишаються індентором на поверхні випробовуваних зразків. Особлива увага приділена проблемі точності вимірювання нанотвердості і ролі пружних післядій в спотворенні форми відбитків.

Ключові слова: нанотвердість, мікротвердість, пружна післядія, пластична деформація, погіршність вимірювання.

Murzin L.M. Nano and microhardness. Analysis of sources of measuring errors

Analysis results for the sources of errors when measuring micro- and nanohardnesses are presented. Features of shape forming of deepenings at indenting and imprints of the indenter on the surface of tested samples. The special attention is paid to the problem of measuring accuracy for nanohardness and to the role of resilient after-actions in distortion of imprint forms.

Keywords: nanohardness, microhardness, springback, flowage, measuring error.