



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) **UA**

(11) **87907**

(13) **U**

(51) МПК

G01N 3/40 (2006.01)

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: **u 2013 10324**

(22) Дата подання заявки: **21.08.2013**

(24) Дата, з якої є чинними
права на корисну
модель: **25.02.2014**

(46) Публікація відомостей **25.02.2014, Бюл.№ 4**
про видачу патенту:

(72) Винахідник(и):

**Антонюк Віктор Степанович (UA),
Білокінь Світлана Олександрівна (UA),
Бондаренко Максим Олексійович (UA)**

(73) Власник(и):

**Антонюк Віктор Степанович,
вул. Малиновського, 11, кв. 212, м. Київ,
04212 (UA),
Білокінь Світлана Олександрівна,
вул. Волкова, 40, кв. 19, м. Черкаси, 18005
(UA),
Бондаренко Максим Олексійович,
вул. Чехова, 42, кв. 228, м. Черкаси, 18006
(UA)**

(54) СПОСІБ ОЦІНКИ МІКРОТВЕРДОСТІ

(57) Реферат:

Спосіб оцінки мікротвердості включає визначення значень мікротвердості на поверхні зразка за розміром відновленого відбитка при різних навантаженнях на наноіндентор, як такий використано кремнієвий зонд конічної форми для атомно-силового мікроскопа. Додатково кремнієвий зонд модифікують тонким вуглецевим покриттям, проводять сканування зразка, при цьому наноіндентування поверхні виконують при постійно зростаючому навантаженні, фіксують криву "підведення-відведення" і за допомогою цієї кривої встановлюють глибину проникнення зонда в зразок, визначають площу контакту між зондом і поверхнею досліджуваного матеріалу, і за отриманими параметрами оцінюють мікротвердість.

UA 87907 U

Корисна модель належить до приладобудування, а саме до способів оцінки мікротвердості діелектричних матеріалів та функціональних покриттів сформованих на них.

Відомий спосіб дослідження твердих матеріалів на мікротвердість, який полягає в підготовці мікрошліфа, нанесення механічного відбитка на поверхню мікрошліфа, вимірювання розміру відбитка за допомогою мікроскопа. Відбиток створюється твердими частками, які знаходяться в рідині, і приймають високе прискорення, збуджене ультразвуковою голівкою в докавітаційній області [Патент РФ № 2465569, G01N 3/40, 2006].

Недоліком наведеного способу є визначення мікротвердості матеріалів у відносних одиницях і необхідність наявності ультразвукового обладнання, що потенційно підвищує вартість реалізації наведеного способу.

Відомий також спосіб оцінки енергії активації руйнування матеріалу поверхневого шару, при якому проводять деформування поверхневого шару зразків шляхом впровадження алмазного індентора в поверхневий шар на задану глибину і тангенціального проорювання матеріалу поверхневого шару цим індентором без виникання стружки при постійній величині його заглиблення. При цьому кількість деформованого матеріалу приймають постійною. За характеристиками деформування вираховують питому роботу пластичної деформації поверхневого шару, як відношення дотичної сили до площі поперечного перерізу проораної борозни, вирахованої виходячи з геометрії вершини індентора та величини його заглиблення, і прирівнюють її до величини енергії активації руйнування цього шару [Патент РФ 2327137, МПК G01N 3/46, 2007].

Недоліком наведеного способу є впровадження індентора у вигляді алмазної піраміди на невелику глибину, що не дозволяє оцінити властивості в значному об'ємі. Цим методом неможливо визначити твердість, фізичну і структурну неоднорідність матеріалу.

Найбільш близьким за технічною суттю до корисної моделі, що заявляється, є спосіб оцінки мікротвердості, що включає визначення значень мікротвердості на поверхні зразка за розміром відновленого відбитка при різних навантаженнях на індентор, побудову графіка залежності твердості від глибини відбитка і визначення інтегральної мікротвердості за формулою:

$$HVJ_n(P_n) = \frac{\int_{P_1}^{P_0} HV(P) dP}{P_n - P_1},$$

де $HVJ_n(P_n)$ - інтегральна мікротвердість; $HV(P)$ - мікротвердість за розміром відновленого відбитка; P_1 - різні рівні навантаження на індентор.

За отриманими даними будують графік інтегральної мікротвердості, виявляють точки на графіку, що характеризують зміну динаміки зміцнення і роззміцнення і за цими точками судять про величину критичних навантажень, які приводять до якісної зміни працездатності шару [Патент РФ 2231040, МПК G01N 3/44, 2001].

Недоліком даного способу є мала інформативність внаслідок інтегрального визначення мікротвердості, суб'єктивність результатів і недостатня надійність та точність внаслідок побудови графіків усереднених характеристик динаміки зміцнення та роззміцнення, оскільки поряд з пластичною деформацією є місце й частковому руйнуванню зразка.

В основу корисної моделі поставлено задачу розробки більш точного, інформативного, надійного і продуктивного способу визначення мікротвердості з фіксацією характеру її розподілу протягом заданої довжини досліджуваної зони з метою аналізу фізичної та структурної неоднорідності матеріалу.

Поставлена задача вирішується способом оцінки мікротвердості, що включає визначення значень мікротвердості на поверхні зразка за розміром відновленого відбитка при різних навантаженнях на індентор у вигляді кремнієвого конічного зонда, згідно з корисною моделлю, додатково кремнієвий зонд модифікують тонким вуглецевим покриттям, проводять сканування зразка, при цьому наноіндентування поверхні виконують при постійно зростаючому навантаженні, фіксують криву "підведення-відведення" і за допомогою цієї кривої встановлюють глибину проникнення зонда в зразок, визначають площу контакту між зондом і поверхнею досліджуваного матеріалу, а за отриманими параметрами оцінюють мікротвердість.

Спосіб оцінки мікротвердості досягається шляхом модифікації тонким вуглецевим покриттям кремнієвого зонда з подальшим скануванням ним досліджуваного зразка. При цьому наноіндентування поверхні виконують при постійно зростаючому навантаженні. При такому дослідженні, під час сканування рельєфу зразка можливе вибіркоче локальне вимірювання міжфазних зон, або включень мікро- і нанометричних розмірів в поверхню досліджуваного зразка в одному циклі сканування. При цьому фіксують криву "підведення-відведення" зонда, за

допомогою якої встановлюють глибину проникнення зонда в зразок. Визначивши площу контакту між зондом і поверхнею досліджуваного матеріалу визначають мікротвердість досліджуваного зразка.

5 Суть корисної моделі пояснюється кресленням, де на фіг. 1 зображено зовнішній вигляд (фіг. 1), мікрофотографія вістря (фіг. 2) і схема кремнієвого зонда, модифікованого тонким вуглецевим покриттям фіг. 3.

10 На фіг. 4-7 зображена схема, що реалізує спосіб оцінки мікротвердості. Схема реалізує спосіб оцінки мікротвердості наступним чином. Кремнієвий зонд встановлений в атомно-силовий мікроскоп в режимі наноіндентування. При цьому індентування проводиться шляхом вдавлювання в досліджуваний зразок наноіндентора, що має відомі механічні властивості (форму, модуль пружності тощо) з заданим зусиллям. Досліджується форма і розмір зони контакту і будується крива залежності положення індентора від навантаження. На схемі (фіг. 4, 6) представлена діаграма залежності сили взаємодії зонда з досліджуваним матеріалом від глибини його проникнення в поверхню (фіг. 5, 7) в режимі підведення зонда (фіг. 4, 5) та наноіндентування (фіг. 6, 7)

15 Приклад. Спосіб здійснюють, згідно з наступною послідовністю операцій.

1. Проводять сканування зразка для вибору місця наноіндентування (місце наноіндентування на чистій, однорідній ділянці, без включень та різких перепадів рельєфу).

20 2. Здійснюють процес наноіндентування поверхні у вибраному місці досліджуваної поверхні при поступово зростаючому навантаженні (наприклад для кремнію - при максимальному навантаженні до 0,8 мН за 5 секунд; для п'єзокераміки ЦТС-19 - при максимальному навантаженні до 0,6 мН за 7 секунд; для оптичного скла К8 - при максимальному навантаженні до 0,5 мН за 7 секунд.

25 3. За кривою "підведення-відведення" кремнієвого конічного зонду визначають глибину проникнення зонду в зразок та обраховують площу контакту між зондом та поверхнею досліджуваного матеріалу A_c за формулою:

$$A_c = 2 \cdot \pi \cdot r \cdot h_f, \quad (1),$$

де r - радіус заокруглення вістря зонда;

30 h_f - глибина проникнення зонда в зразок.

4. Обчислюють мікротвердість досліджуваного матеріалу зразка:

$$H = \frac{F_{\max}}{A_c}, \quad (2)$$

де F_{\max} - максимальне навантаження зондом на поверхню;

35 A_c - площа контакту між зондом та поверхнею досліджуваного матеріалу.

5. Порівнюють отримані результати дослідження з довідниковими даними або з даними, отриманими атестованим методом мікроіндентування Вікерса із застосуванням алмазної пірамідки на приладі DuroScan-10/20.

40 Так, на фіг. 8, 9 показано фото проникнення зонда - наноіндентора на поверхні пластини з кремнію марки Кр0 (фіг. 8), відбиток алмазної пірамідки, отриманої методом мікроіндентування (фіг. 9) з використанням пристрою DuroScan-10/20, а також криву "підведення-відведення" зонда до поверхні (фіг. 10). Навантаження на зонд складало $8 \cdot 10^{-4}$ Н, при цьому зонд заглиблювався в зразок на глибину 55 нм, а площа контакту складала $450 \cdot 10^{-16}$ м².

45 Підставивши отримані дані в формулу (2), визначаємо мікротвердість досліджуваного матеріалу, яка складає 17,78 ГПа. Згідно з довідниковими даними, знаходять значення мікротвердості кремнію Кр0, як 14,7 ГПа (розбіжність між розрахунковими та експериментально отриманими даними не перевищує 17 %).

Результати вимірювань мікротвердості представлені в таблиці.

Результати досліджень мікротвердості із застосуванням методів атомно-силової мікроскопії та мікроіндентування за Вікерсом на приладі DuroScan-10/20

Досліджувані зразки	Мікротвердість H_{\square} , ГПа	
	Метод nanoіндентування з використанням атомно-силового мікроскопа, (навантаження 5-8 г)	Метод мікроіндентування за Вікерсом за допомогою мікротвердоміра DuroScan-10/20, (навантаження 10 г)
Кремній КрО	17,78±3,08	17,07±2
П'єзоелектрична кераміка ЦТС-19	7,09±1,01	8,1±0,65
Оптичне скло К8	4,77±0,21	4,56±0,18

Результати випробувань показали, що використання кремнієвих зондів, модифікованих тонкими вуглецевими покриттями, можливо використовувати для nanoіндентування окремих елементів діелектричних поверхонь в одному циклі сканування, що дозволяє вимірювати мікротвердість плоских діелектричних поверхонь, таких як кремній КрО, п'єзоелектрична кераміка ЦТС-19, оптичне скло К8 тощо.

Використання зазначеного способу дає можливість визначити мікротвердість діелектричних поверхонь і функціональних покриттів сформованих на них.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

Спосіб оцінки мікротвердості, що включає визначення значень мікротвердості на поверхні зразка за розміром відновленого відбитка при різних навантаженнях на nanoіндентор, як такий використано кремнієвий зонд конічної форми для атомно-силового мікроскопа, який **відрізняється** тим, що додатково кремнієвий зонд модифікують тонким вуглецевим покриттям, проводять сканування зразка, при цьому nanoіндентування поверхні виконують при постійно зростаючому навантаженні, фіксують криву "підведення-відведення" і за допомогою цієї кривої встановлюють глибину проникнення зонда в зразок, визначають площу контакту між зондом і поверхнею досліджуваного матеріалу, і за отриманими параметрами оцінюють мікротвердість.



Fig. 1

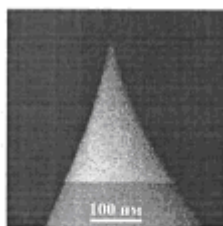
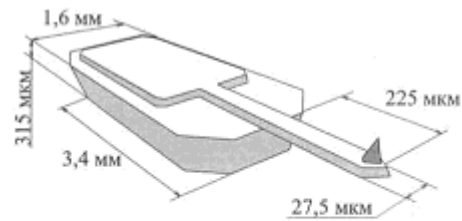
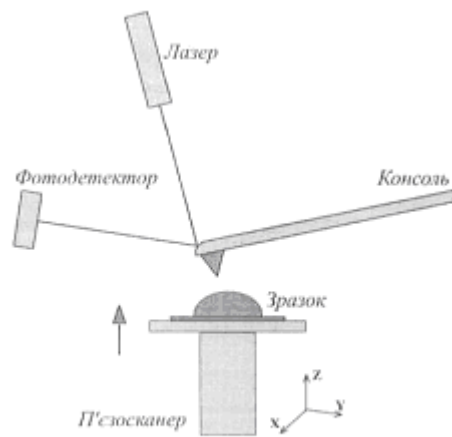


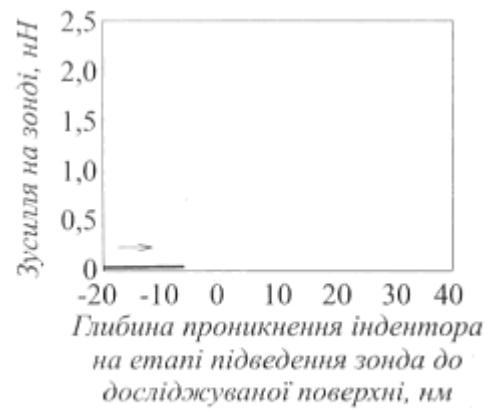
Fig. 2



Фіг. 3



Фіг. 4



Фіг. 5

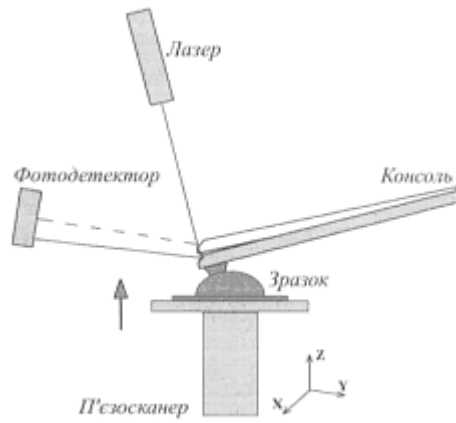


Fig. 6

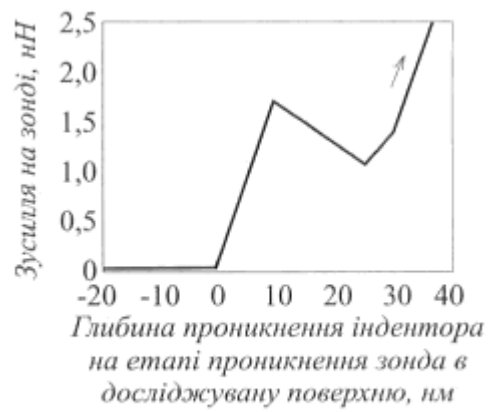


Fig. 7

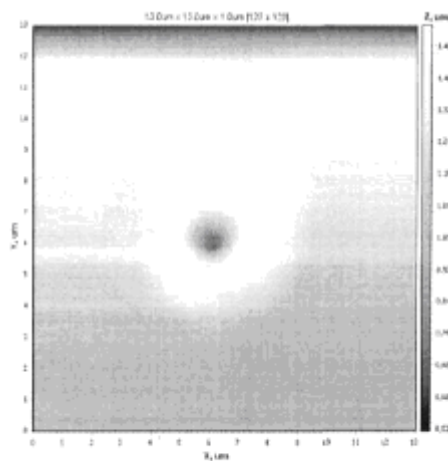


Fig. 8

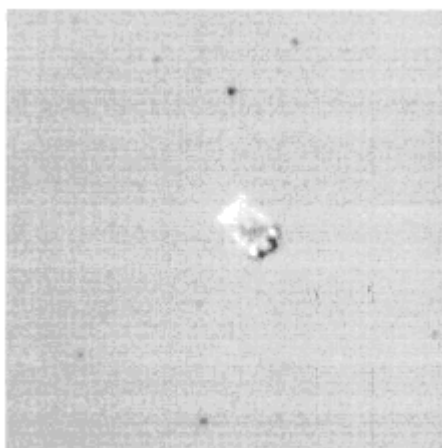


Fig. 9

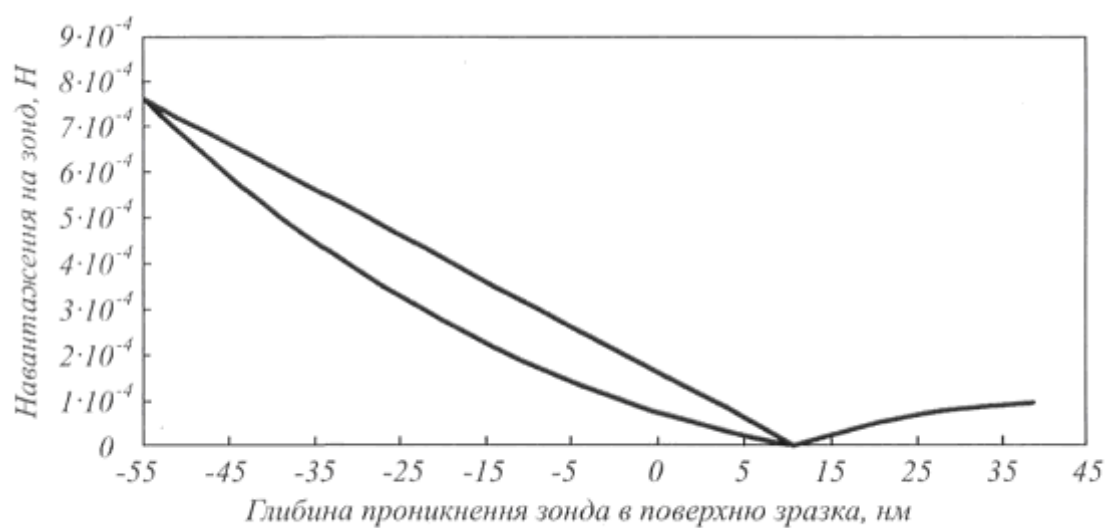


Fig. 10

Комп'ютерна верстка М. Ломалова

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601