МЕТОДЫ АВТОМАТИЗАЦИИ ИЗМЕРЕНИЙ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ В НАНОТВЕРДОМЕРАХ СЕМЕЙСТВА "НАНОСКАН"

METHODS OF AUTOMATION OF MECHANICAL PROPERTIES MEASUREMENTS IN NANOSCAN NANO HARDNESS TESTERS

УДК 681.2.083, ВАК 05.11.13

А.Усеинов*, К.Кравчук*, А.Русаков*, И.Маслеников*, И.Красногоров* / useinov@mail.ru
A.Useinov*, K.Kravchuk*, A.Rusakov*, I.Maslenikov*, I.Krasnogorov*

Рассмотрены инструменты автоматизации измерений механических свойств с помощью нанотвердомеров "НаноСкан": генераторы измерений, шаблоны и специализированный язык макрокоманд. Приведены примеры применения и даны рекомендации по повышению производительности исследований.

Tools for automation of mechanical properties measurements using NanoScan nanohardness tester are considered, including measurement generators, templates and specialized macro language. Examples of application are given and recommendations for the performance increasing are presented.

Развитие аппаратного обеспечения нанотвердомеров в последние годы существенно повысило стабильность измерений и увеличило производительность приборов. За два десятилетия методы измерения эволюционировали от 0-мерных (измерение в одной точке с заданной нагрузкой) до 3-мерных (измерение зависимостей значений твердости в координатах X, Y и Z). Это было бы невозможно без развития методов автоматизации измерений, реализованных в программном обеспечении приборов.

Суть автоматизации измерений заключается в возможности выполнять заданную программу исследований без участия оператора. При этом все промежуточные действия, связанные с диагностикой состояния оборудования, подстройкой режима работы, позиционированием и т.п. должны с высокой степенью надежности контролироваться программным обеспечением.

Такой подход позволяет выполнять в непрерывном режиме сотни и тысячи измерений, комбинировать их с пространственным позиционированием образцов, накапливать статистику и строить

распределение свойств в зависимости от координат – проводить картографирование поверхности или строить пространственные карты (томограммы) механических свойств.

В данной работе рассмотрены различные методы автоматизации измерений, реализованные в приборах "НаноСкан", а также даны рекомендации по их применению для различных исследовательских задач. Приведены примеры решения реальных задач с помощью автоматизированных процедур измерения.

СКАНИРУЮЩИЙ НАНОТВЕРДОМЕР "НАНОСКАН"

Все исследования, приведенные в данной работе, проводились с использованием российского измерительного прибора – сканирующего нанотвердомера "НаноСкан-4D" (рис.1), разрабатываемого в Технологическом институте сверхтвердых и новых углеродных материалов (ФГБНУ "ТИСНУМ"). Модульный принцип построения измерительной платформы "НаноСкан-4D" позволяет гибко конфигурировать прибор под задачи и бюджет каждого конкретного пользователя.

* Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов (ТИСНУМ) / Technological Institute for Superhard and Novel Carbon Materials.

Рис.1. Общий вид сканирующего нанотвердомера "НаноСкан-4D+"

Fig.1. General view of NanoScan-4D+ scanning nano-hardness tester

Нанотвердомеры "НаноСкан" позволяют реализовать более 30 измерительных методик физико-механических свойств: начиная с базовых измерений твердости и модуля упругости методами инструментального индентирования [1] и нанесения царапин [2] до специализированных испытаний прочности микрообъектов [3] и динамических

измерений жесткости [4]. Возможность использования большого количества измерительных методик позволяет исследовать широкий спектр разнообразных объектов: от тонких пленок до сложных многослойных покрытий, структура которых характеризуется существенной пространственной неоднородностью механических свойств [5].

Hardware development of nano-hardness testers in recent years has greatly improved the stability of measurements and performance of devices. For two decades the methods of measurement evolved from the 0 dimensional (measurement at one point with a given load) to 3 dimensional (the measurement of the hardness dependencies in the coordinates X, Y and Z). It would have been impossible without development of methods of automation of measurements, implemented in the software of the instruments.

The essence of automation of measurements is the ability to fulfill the research program without operator intervention. In this case, all the intermediate operations associated with the diagnosis of equipment condition, tuning

of the operating mode, positioning, etc. shall be controlled with a high degree of reliability by the software.

This approach allows to perform in a continuous mode hundreds and thousands of measurements, to combine them with the positioning of samples, to collect statistics and to build the distribution of properties depending on the coordinate – to conduct mapping of the surface or to build spatial maps (tomograms) of the mechanical properties.

This paper considers the various methods of measurement automation implemented in NanoScan device, as well as recommendations on their application for different research tasks. Examples of solving real problems using automated measurement procedures are given.

NANOSCAN SCANNING NANO-HARDNESS TESTER

All the studies presented in this paper were conducted using the Russian measuring device – NanoScan nano-hardness tester (Fig.1), – developed by Technological Institute for Superhard and Novel Carbon Materials. The modular design of the NanoScan-4D measuring platform allows to configure the device for the tasks and budget of each specific user.

NanoScan nanohardness testers allow to implement more than 30 methods of measurement of physical-mechanical properties from basic measurement of hardness and elastic modulus by instrumental indentation [1] and scratch hardness test [2] to specialized strength testing of micro-objects

Рис.2. Объемная карта (томограмма) значений твердости (а), измеренная в режиме DMA, и оптическое изображение поверхности после выполнения измерений (b) [4]

Fig.2. 3D map (tomogram) of hardness (a) measured in DMA mode, and optical image of surface after measuring (b) [4]

Приборы "НаноСкан" оснащены моторизованным предметным столиком, позволяющим позиционировать индентор вдоль осей X, Y и Z над поверхностью образца с высокой точностью.

В приборах "НаноСкан" реализованы такие методы автоматизации измерений, как генератор измерений, шаблоны и специализированный язык макрокоманд.

ГЕНЕРАТОР ИЗМЕРЕНИЙ

Генератор измерений позволяет задать пространственные координаты массива измерений в плоскости XY вдоль заданной линии или по прямоугольной сетке для таких видов испытаний, как инструментальное индентирование, многоцикловое индентирование с частичным разгрузением (PUL) [5], динамический механический анализ (DMA) [6, 7].

[3] and dynamic measurements of stiffness [4]. The possibility of using a large number of measurement techniques allows to explore a wide variety of objects – from thin films to complex multilayer coatings whose structure is characterized by significant spatial heterogeneity in mechanical properties [5].

NanoScan is equipped with motorized sample stage for positioning of the indenter in the X, Y and Z planes over the sample surface with high accuracy.

In NanoScan devices such methods of automation as measurements generator, templates and

specialized macro language are implemented.

MEASUREMENTS GENERATOR

Measurements generator allows to set spatial coordinates of the measurements array in XY plane along a predetermined line or in a rectangular grid for the following types of tests: instrumental indentation, multi-cycle indentation with a partial unload (PUL) [5], dynamic mechanical analysis (DMA) [6, 7].

For measurements with a fixed load the characteristics of the grid are set – dimension and the distance between adjacent measurements. In the case of measurements

with a variable load the properties of a sample are set, and the spatial coordinates of each measurement are calculated in accordance with the Saint-Venant's principle [8]. According to the latter, if in any area of the body a balanced system of forces (the main vector and main moment of which is equal to zero) is applied, then it will cause tension in the body that rapidly decrease with distance from this area, so in points whose distance from the loaded part of the body exceeds its largest characteristic size, tension is almost equal to zero.

In the generator, the coordinates of neighboring measurements are

Рис.3. СЗМ-изображение серии отпечатков в поверхности плавленого кварца (а) и восстановленная по серии измерений функция формы индентора (б). Черной линией обозначена функция формы для идеальной пирамиды Берковича, красные точки – экспериментальные данные

Fig.3. SPM image of series of indents in surface of fused quartz (a) and indenter shape function of indenter determined using series of measurements (b). The black line represents shape function of an ideal Berkovich pyramid, red points represents experimental data

Для измерений с фиксированной нагрузкой задаются характеристики сетки: размерность и шаг между соседними измерениями. В случае переменной нагрузки задаются свойства образца, а пространственные координаты каждого измерения рассчитываются в соответствии с принципом Сен-Венана [8]. Согласно последнему, если в какой-либо области тела приложена уравновешенная система сил (главный вектор и главный момент

которой равны нулю), то она вызовет в теле напряжения, быстро убывающие по мере удаления от этой области, так что в точках, расстояния которых от загруженной части тела превышают ее наибольший характерный размер, напряжения практически равны нулю.

В программе генератора координаты измерений задаются таким образом, чтобы расстояние между соседними отпечатками составляло 3,5 размера диа-

set so that the distance between adjacent indents is equal to 3.5 sizes of diagonal of the biggest of them. This eliminates the influence of neighboring measurements to each other in terms of a distortion of the measured values of mechanical properties.

In practice of studies of the mechanical properties, in case of the measurements with fixed load the generator is used to build distribution maps of hardness and elastic modulus on the surface or in the subsurface volume (tomogram) of the sample.

As an example, Fig.2a shows a tomogram of the hardness of the

heterogeneous structure of a copper film deposited on glass substrate by magnetron sputtering. In the area containing both the film surface and the uncovered part of the glass the DMA measurements on a grid of 10×10 dots with a pitch of $200 \mu\text{m}$ was carried out. Fig.2b shows the optical image of indents.

In case of variable load, it is convenient to use measurements generator for calibration. The method of indirect calibration of the shape of the tip is typical for the instrumental indentation. In this case, the series of measurements with increasing indentation load is carried out using a sample with a

known hardness value and modulus of elasticity. As a rule, the fused quartz (hardness of 9.5 GPa, the modulus of elasticity of 72 GPa) is used as such a measure, due to the simplicity of sample preparation and the absence of size effects. Then the inverse problem is solved when with use of known value of the modulus of elasticity in the framework of the model of instrumental indentation the projected area of contact of the indenter with the sample surface is calculated. The dependence of the area on the contact depth of the indentation is called a shape function of the indenter, which must be defined to calculate the

гонали большего из них. Таким образом, исключается влияние соседних измерений друг на друга с точки зрения искажения измеряемых значений механических свойств.

В практике исследований механических свойств генератор измерений с фиксированной нагрузкой используется для построения карт распределения твердости и модуля упругости на поверхности или в приповерхностном объеме (томограмма) образца.

В качестве примера на рис. 2а приведена томограмма твердости гетерогенной структуры, представляющей собой пленку меди, нанесенную на подложку из стекла методом магнетронного напыления. В области, захватывающей как поверхность пленки, так и непокрытую часть стекла, был выполнен массив измерений типа DMA по сетке размером 10×10 точек с шагом 200 мкм. На рис. 2б приведено оптическое изображение, на котором видны отпечатки после внедрения индентора.

Генератор измерений с переменной нагрузкой удобно использовать для задач калибровки. В инструментальном индентировании распространен метод косвенной калибровки формы наконечника, при котором выполняется серия измерений с увеличивающейся нагрузкой индентирования в меру – образец с известным значением твердости и модуля упругости. Как правило, в качестве такого образца используется плавленый кварц (твердость 9,5 ГПа, модуль упругости (Юнга) 72 ГПа) ввиду технологичности пробоподготовки и отсутствия размерных эффектов. Затем решается обратная задача, когда по известному значению модуля упругости

в рамках модели инструментального индентирования рассчитывается площадь проекции контакта индентора с поверхностью образца. Полученная зависимость площади от контактной глубины индентирования называется функцией формы индентора, которая должна быть определена для расчета твердости по методу инструментального индентирования.

На рис. 3 приведено СЗМ-изображение серии отпечатков в поверхности плавленого кварца, нанесенных с увеличивающейся нагрузкой индентирования, и соответствующая функция формы индентора (изображена красными точками на рис. 3б), рассчитанная по серии измерений.

ШАБЛОНЫ

Шаблоны представляют собой сохраненный набор настроек для различных измерений: индентирования, нанесения царапин, DMA, PUL, истирания. Сохраняются последовательность и координаты измерений. Шаблоны удобно применять, когда нужно исследовать партию однотипных образцов по одной и той же схеме, чтобы потом проанализировать их механические характеристики в сравнении друг с другом. Также рекомендуется использовать шаблоны в тех случаях, когда измерения сгруппированы на относительно небольшом участке, например, в рамках поля видимости оптического микроскопа (200×300 мкм), и их расположение удобно задавать с помощью курсора мыши.

hardness by method of instrumental indentation.

Fig. 3 shows the SPM image of series of indents in the surface of fused quartz, which was carried out with increasing indentation load, and the corresponding shape function of the indenter (shown as red dots in Fig. 3b) calculated for a series of measurements.

TEMPLATES

Template is a saved set of settings for different methods – indentation, scratch test, DMA, PUL, abrasion. The sequence and coordinates of measurement are saved. Templates are useful when it is necessary to

investigate batch of similar samples under the same scheme, to analyse their mechanical characteristics in comparison with each other. It is also recommended to use templates when measurements are grouped in a relatively small area, e.g. within the field of vision of the optical microscope (200×300 μm), and their location is convenient to set using the mouse cursor.

Fig. 4 illustrates the mechanism of replication of a given set of measurements.

MACRO

In the NanoScan is implemented specialized macro language

for instructions for the device, which allows to program measurements. Macro language is similar to templates on purpose, but is more functional and more complicated to use. The key difference from the template is a possibility of use the Z-translator during the measurements with the followed search of the surface in automatic mode. These commands allow to study surfaces, characterized by a large height difference or significant roughness without changing the measured range of motion, and while maintaining the necessary resolution.

На рис.4 проиллюстрирован механизм тиражирования заданного набора измерений.

МАКРОКОМАНДЫ

В "НаноСкан" реализован специализированный язык макрокоманд – инструкций для прибора, позволяющих программировать выполнение измерений. По своему назначению язык макрокоманд сходен с шаблонами, однако является более функциональным и, вместе с тем, более сложным для применения. Ключевое отличие от шаблона заключается в возможности использования Z-транслятора во время проведения измерений с последующим поиском поверхности в автоматическом режиме. Такие команды позволяют проводить исследование поверхностей, характеризующихся большим перепадом высот или значительной шероховатостью, не меняя измеряемого диапазона перемещения и сохраняя необходимое разрешение.

Язык макрокоманд, в частности, удобен для построения двумерных карт [9] или томограмм [4] механических свойств поверхности образца. При подобных длительных измерениях предусмотрены возможности подстройки прибора, а также быстрого перемещения между местами индентирования. Пример цикла макрокоманд для построения карты модуля упругости алмазно-твердосплавной пластины [9] представлен на рис.5.

По запросу пользователей язык макрокоманд может расширяться, таким образом, являясь инструментом адаптации прибора под определенные исследовательские задачи.

Рис.4. Окно программы с СЗМ-изображением уколов и царапин (а). Красными линиями показаны наборы измерений для повторного выполнения, заданные в таблице (b) и сохраненные как шаблон

Fig.4. Program window containing SPM image of indents and scratches (a). Red lines show sets of measurements for repeated execution, which are specified in table (b) and saved as template

Macro, in particular, is suitable for building two-dimensional maps [9] or tomography [4] of mechanical properties of the sample surface. During such a long measurements the capabilities of fine tuning of the device, and of quick movement between points of indentation are provided. Example of a macro to build a map of the elastic modulus of diamond-carbide plate [9] is shown in Fig.5.

At the request of the user the macro language can be extended, being a tool of adaptation of the instrument for specific research tasks.

MULTITHREADED DATA PROCESSING

A large amount of experimental data leads to the need to increase the speed of processing. For this purpose, the parallel processing of measurements using multiple threads or processors is implemented in the NanoScan software. As a tool for software development the OpenMP (Open Multi-Processing) technology, an open standard for parallelizing programs in C/C++ was selected, which helps to optimize the creation of multithreaded applications. The program automatically determine the ultimate performance of the hardware of a personal computer and calculates the maximum

amount of computing resources that can be used without affecting the stability of the operating system and management software. Thus, the optimal balance between performance of data processing and stability of the system is chosen.

CONCLUSION

In NanoScan devices a wide range of instruments for automation of measurement is implemented, which increase productivity and quality of the studies of mechanical properties, help to obtain an extended set of statistics, as well as provide the measurement process without a permanent operator presence. ■

Рис.5. Пример последовательности макрокоманд (а), формирующей два вложенных цикла для выполнения серии из 1 600 измерений [9], и карта распределения модуля твердости на поверхности алмазно-твердосплавной пластины (b)
 Fig.5. Example of a macro (a) that generates two nested loops for a series of 1600 measurements [9], and distribution map of modulus of hardness on surface of diamond-carbide plate (b)

МНОГОПОТОЧНАЯ ОБРАБОТКА ДАННЫХ

Получение большого объема экспериментальных данных обуславливает необходимость повышения скорости их обработки. Для этого в программном обеспечении "НаноСкан" реализована параллельная обработка результатов измерений с использованием нескольких потоков или процессоров. В качестве инструмента программной разработки была выбрана технология OpenMP (Open Multi-Processing) – открытый стандарт для распараллеливания программ на языке C/C++, который помогает оптимизировать создание многопоточных приложений. Программа автоматически определяет предельные характеристики производительности аппаратной части персонального компьютера и рассчитывает максимальный объем вычислительных ресурсов, которые могут быть использованы без нарушения стабильности работы операционной системы и управляющего программного

обеспечения. Таким образом, при обработке данных выбирается оптимальный баланс между производительностью расчетов и устойчивостью системы.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В приборах "НаноСкан" реализован широкий спектр инструментов автоматизации измерений, направленных на увеличение производительности и качества исследований механических свойств, получение расширенного набора статистики, а также для организации процесса измерений, не требующего непрерывного присутствия оператора.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ Р 8.748-2011 (ИСО 14577-1:2002) ГСИ. Металлы и сплавы. Измерение твердости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании. Ч. 1. Метод испытаний.
2. Useinov A.S., Useinov S.S. Scratch hardness evaluation with in-situ pile-up effect estimation // Philos. Mag. 2012. V. 92, № 25-27. P. 3188-3198.
3. Усеинов А., Кравчук К., Маслеников И., Решетов В., Фомкина М. Исследование прочности микрообъектов с помощью сканирующего нанотвердомера "НаноСкан" // Наноиндустрия. 2015. V. 58. № 4. P. 54-60.
4. Маслеников И., Гладких Е., Усеинов А., Решетов В., Логинов Б. Построение объемных карт механических свойств в режиме динамического механического анализа // Наноиндустрия. 2016. V. 64, №2. P. 36.
5. Усеинов А.С., Кравчук К.С., Маслеников И.И. Получение томограммы механических свойств методами наноиндентирования // Наноиндустрия. 2014. №1. P. 34-39.
6. Усеинов С., Решетов В., Маслеников И., Русаков А., Гладких Е., Беспалов В., Логинов Б. Исследование свойств тонких покрытий в режиме динамического механического анализа с помощью сканирующего нанотвердомера "НаноСкан-4D" // Наноиндустрия. 2016. V. 63, №1. P. 80-87.
7. Усеинов А., Решетов В., Маслеников И., Кравчук К. ISO – это просто! // Наноиндустрия. 2015. V. 7. P. 52-61.
8. Love A.E.H. A treatise on the mathematical theory of elasticity. Cambridge University Press, 1927.
9. Кравчук К., Усеинов С., Маслеников И., Перфилов С. Автоматизированный контроль параметров композитных изделий с помощью нанотвердомера "НаноСкан" // Наноиндустрия. 2016. V. 65. №3. P. 54-58.