



Получено: 21.11.2022 г. | Принято: 25.11.2022 г. | DOI: <https://doi.org/10.22184/1993-8578.2022.15.7-8.466.476>

Научная статья

ОБОРУДОВАНИЕ ДЛЯ ИНСТРУМЕНТАЛЬНОГО ИНДЕНТИРОВАНИЯ – ПРИНЦИПЫ РАБОТЫ И ОСОБЕННОСТИ КОНСТРУИРОВАНИЯ

В.Н.Решетов¹, д.ф.-м.н., вед. науч. сотр., ORCID: 0000-0002-8426-5991 / nreshetov@ya.ru

И.В.Красногоров¹, мл. науч. сотр.

В.В.Соловьев¹, к.т.н., науч. сотр.

Е.В.Гладких¹, мл. науч. сотр., ORCID: 0000-0001-8273-3934

А.С.Усейнов¹, к.т.н., зам. директора по науч. работе, ORCID: 0000-0002-9937-0954

Аннотация. Современное оборудование для инструментального наноиндентирования представляет собой сложные аппаратно-программные комплексы, проводящие прецизионные измерения малых сигналов на пределе чувствительности первичных преобразователей, входящих в их конструкцию. Для корректной работы таких измерительных приборов, получения достоверных результатов об исследуемых объектах, а также для обеспечения метрологической обоснованности таких измерений все тракты, по которым проходит первичный измеряемый сигнал, должны быть оптимизированы и согласованы по их разрешению, линейности и шумам. В данной статье обсуждаются особенности проектирования таких высокоточных приборов на примере серийного отечественного нанотвердомера модели NanoScan-4D. Рассмотрены типичные элементы, входящие в состав конструкции прибора, обсуждаются подходы к их оптимизации и управлению, а также влияние несовершенства этих узлов на работу прибора в целом.

Ключевые слова: инструментальное индентирование, наноиндентор, твердость, модуль упругости, система нагружения, актюатор, емкостной датчик

Для цитирования: В.Н. Решетов, И.В. Красногоров, В.В. Соловьев, Е.В. Гладких, А.С. Усейнов. Оборудование для инструментального индентирования – принципы работы и особенности конструирования. НАНОИНДУСТРИЯ. 2022. Т. 15, № 7–8. С. 466–476. <https://doi.org/10.22184/1993-8578.2022.15.7-8.466.476>

Received: 21.11.2022 | Accepted: 25.11.2022 | DOI: <https://doi.org/10.22184/1993-8578.2022.15.7-8.466.476>

Original paper

EQUIPMENT FOR INSTRUMENTED NANOINDENTATION – PRINCIPLES OF OPERATION AND DESIGN FEATURES

V.N.Reshetov¹, Leading Researcher, Doct. of Sci. (Physics and Mathematics), ORCID: 0000-0002-8426-5991 / nreshetov@ya.ru

I.V.Krasnogorov¹, Junior Researcher

V.V.Solovyov¹, Cand. of Sci. (Tech), Researcher

E.V.Gladkikh¹, Junior Researcher, ORCID: 0000-0001-8273-3934

A.S.Useinov¹, Cand. of Sci. (Physics and Mathematics), Deputy Director for Scientific Work, ORCID: 0000-0002-9937-0954

¹ Федеральное государственное бюджетное научное учреждение "Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов", Москва, Троицк, Россия / Federal State Budgetary Scientific Institution Technological Institute for Superhard and New Carbon Materials, Moscow, Troitsk, Russia



Abstract. Modern equipment for instrumented nanoindentation is a complicated hardware and software complexes that perform precision measurements of small signals at the sensitivity limit of primary transducers included in their design. For correct operation of such measuring devices, for obtaining reliable results about investigated objects, as well as for providing metrological validity for such measurements, all paths through which the primary measured signal passes, should be optimized and coordinated according to their resolution, linearity and noise. This article discusses the peculiarities of designing such high-precision devices by the example of a serial domestic nanoindenter NanoScan-4D. The typical elements included in the design of the device are considered, approaches to their optimization and control are discussed, as well as the influence of imperfections of these units on the performance of the device as a whole.

Keywords: instrumented indentation, nanoindenter, hardness, modulus of elasticity, loading system, actuator, capacitive sensor

For citation: V.N. Reshetov, I.V. Krasnogorov, V.V. Solovyov, E.V. Gladkikh, A.S. Useinov. Equipment for instrumented nanoindentation – principles of operation and design features. NANOINDUSTRY. 2022. T. 15, № 7–8. С. 466–476. <https://doi.org/10.22184/1993-8578.2022.15.7-8.466.476>

ВВЕДЕНИЕ

Метод инструментального индентирования развивается с середины двадцатого века как естественное развитие метода микроиндентирования. При этом ключевым моментом нового подхода стал отказ от визуального контроля размера оставленного отпечатка и извлечение всей необходимой информации о твердости по измеренной зависимости глубины погружения индентора от усилия прижима. При этом благодаря возможности контролирования как силы, так и глубины погружения индентора на этапах нагружения и разгрузки появилась возможность измерения не только твердости, но и модуля упругости Юнга тестируемого материала [1, 2]. Сегодня данный метод стал общепризнанным и лег в основу ряда международных стандартов [3, 4].

В данном методе отсутствует свойственное оптической микроскопии ограничение на минимальный размер отпечатка, используемого для измерения твердости материала. Поскольку для определения механических свойств используются только данные о глубине и силе, то фактором ограничения на глубину индентирования и силу прижима стали шумы измерительной системы наноиндентора и степень остроты используемого алмазного остря. Инденторы для инструментального индентирования обычно изготавливают в форме трехгранной пирамиды типа Берковича, что обеспечивает самоподобие индентора в максимально возможном диапазоне размеров отпечатков.

ПРИНЦИПЫ КОНСТРУИРОВАНИЯ НАНОИНДЕНТОРОВ

Достижимые глубины индентирования сегодня опустились ниже 10 нм, а размеры отпечатков

INTRODUCTION

The instrumented indentation method has evolved since the middle of the twentieth century as a further evident development of the microindentation method. The key point of this new approach was the abandonment of visual control of the size of the imprint and the extraction of all the necessary information about hardness from the measured dependence of the indenter depth on the pressing force. At the same time, due to the possibility to control both the force and the depth of indentation during the loading and unloading stages, it became possible to measure not only hardness, but also the Young's modulus of the material under test [1, 2]. Today, this method has become universally accepted and forms the basis of a number of international standards [3, 4].

In this method, there is no limitation inherent to optical microscopy on the minimum indentation size used to measure the hardness of the material. Since only depth and force data are used to determine mechanical properties, the factor limiting the indentation depth and contact force were the noise of the nanoindenter measuring system and the degree of sharpness of the diamond point used. Indenters for instrumented indentation are usually made in the form of a Berkovich type triangular pyramid which ensures self-similarity of the indenter in the maximum possible range of indentation sizes.

NANOINDENTER MACHINE DESIGN PRINCIPLES

Achievable indentation depths have now fallen below 10 nm and print sizes have become less than 100 nm, with a stable radius of curvature of the tip of the indenter pyramid less than 30 nm. The resolution of the measuring systems in terms of

стали меньше 100 нм, при стабильном радиусе кривизны острия вершины пирамиды индентора менее 30 нм. Разрешение измерительных систем по перемещению и силе составляет доли нм и мкН, максимальные глубины погружения и силы прижима индентора сотни мкм и единицы Н. При этом, как правило, для реализации указанного динамического диапазона по глубинам и силам используется набор индентирующих модулей.

При работе в нанодиапазоне с усилиями прижима менее 50 мН и глубинами индентирования до 10 мкм чаще всего используются электростатические актюаторы, совмещенные конструктивно с емкостным датчиком перемещения [5]. Наиболее популярной в микродиапазоне является схема с электромагнитным актюатором и дифференциальным конденсатором в качестве датчика перемещения [6]. Есть варианты исполнения индентирующего модуля с использованием пьезокерамического актюатора и емкостной схемы измерения перемещения [7].

Основным аргументом в пользу той или иной конструкции индентирующего модуля являются минимальная величина температурного дрейфа системы измерения глубины индентирования и максимальный диапазон используемых нагрузок. Чисто емкостные и пьезокерамические системы при этом имеют преимущество в плане величины термодрейфа, вызванного работой актюатора. Электромагнитный актюатор, в силу принципа действия, не может не греться при создании усилия прижима индентора. При этом тепловая мощность, выделяемая в подвижной катушке актюатора, пропорциональна квадрату величины электрического тока, а усилие, развиваемое актюатором – первой степени тока. Следовательно, нагрев, а значит и температурное расширение, наиболее сильно проявляются при работе с максимальными усилиями индентирования. Использование емкостных датчиков в виде дифференциального конденсатора с подвижной средней пластиной де факто стало стандартом для инструментального индентирования. Такие датчики не являются источниками тепла при своей работе, создают минимальное силовое воздействие на подвижную систему, обеспечивают низкий пороговый уровень регистрируемого сигнала и достаточно высокую линейность по глубине внедрения.

Приборы для инструментального индентирования часто называют наноинденторами

displacement and force is fractions of nm and μN , the maximum depths of immersion and indenting force are hundreds of μm and units of N. As a rule, a set of indenting modules is used to implement the specified dynamic range in terms of depths and forces.

When working in the nanoscale with normal forces of less than 50 mN and indentation depths up to 10 microns, electrostatic actuators combined structurally with a capacitive displacement sensor are most often used [5]. The most popular in the micron range is a scheme with an electromagnetic actuator and a differential capacitor as a displacement sensor [6]. There are variants of the indentation module using a piezoceramic actuator and a capacitive displacement measurement circuit [7].

The main arguments in favor of a particular indentation module design are the minimum temperature drift of the indentation depth measurement system and the maximum range of loads used. Purely capacitive and piezoceramic systems have the advantage in terms of temperature drift caused by the actuator. The electromagnetic actuator, by virtue of its operating principle, cannot fail to be warmed up by the contact force of the indenter. The thermal power released in the moving coil of the actuator is proportional to the square of the electric current, and the force developed by the actuator is proportional to the first degree of the current. Consequently, heating, and hence thermal expansion, is most pronounced when working with maximum indentation forces. The use of capacitive sensors in the form of a differential capacitor with a moving middle plate has de facto become the standard for tool indentation. Such sensors are not heat sources during their operation, create minimal force impact on the moving system, provide a low threshold level of the registered signal and sufficiently high linearity in the penetration depth.

Devices implementing the instrumented indentation test are often referred to as nanoindenters and are used with approximately the same precautions as atomic force and scanning tunneling microscopes. Nanoindenters are placed on vibration-isolating platforms and put inside thermally insulated boxes. As a rule, it is the level of seismic noise and temperature fluctuations in the room that are the main factors limiting the accuracy of measurements made and the minimum level of force during indentation.

To reduce the influence of vibration noise, the mass of the moving elements of the device related to the diamond indenter is to be minimized. Increasing the rigidity of the suspension of the moving elements, increasing the resonance frequency of



и при их использовании соблюдают примерно те же меры предосторожности, как при работе с атомно-силовыми и туннельными сканирующими микроскопами. Наноинденторы устанавливаются на виброизолирующие платформы и помещаются внутрь термоизолирующих боксов. Как правило, именно уровень сейсмического шума и температурные флуктуации в помещении являются главными факторами, ограничивающими точность производимых измерений и минимальный уровень усилий при индентировании.

Для уменьшения влияния вибрационных помех стараются минимизировать массу подвижных элементов прибора, связанных с алмазным индентором. Увеличение жесткости подвеса подвижных элементов, повышая резонансную частоту прибора и как бы уменьшая влияние сейсмического шума, не приводит к улучшению метрологических характеристик наноиндентора, поскольку на фоне возросшей жесткости системы подвеса индентора, жесткость области контакта, характеризующая твердость и модуль Юнга тестируемого материала, становится менее заметной, особенно при малых глубинах индентирования. В результате падает точность измерения силы контактного взаимодействия индентора с тестируемым материалом и качество кривой "нагрузка - глубина погружения".

Приводимые в описании приборов рабочие характеристики по части минимальных нагрузок и глубин индентирования, как правило, соответствуют условиям минимального природного сейсмического шума, отсутствия промышленных сейсмических помех и использования хорошей системы виброизоляции. Реальный уровень шума по каналам силы и перемещения зависит от конкретных условий эксплуатации прибора, и производитель его маркирует, как lab dependent. Цифровое разрешение по каналу силы и смещения при этом, как правило, на порядок меньше декларируемого lab dependent уровня шума.

КОНСТРУКТИВНЫЕ И СХЕМОТЕХНИЧЕСКИЕ ОСОБЕННОСТИ "НАНОСКАН-4D"

Система механического нагружения

Детальный анализ конструкции и принципов работы индентирующего модуля и системы радиоэлектронного обеспечения проведем на примере нанотвердомера модели NanoScan-4D. Данный прибор внесен в Государственный реестр средств измерения в качестве нанотвердомера под № 65496-16

the device and, as if reducing the influence of seismic noise, does not lead to improvement of metrological characteristics of the nanoindenter, since, against the background of increased rigidity of the indenter suspension system, the contact area stiffness, which characterizes the hardness and Young's module of the tested material, becomes less noticeable, especially at small indentation depths. As a result, the measurement accuracy of the contact interaction force between the indenter and the material under test and the quality of the load-depth plunge curve decrease.

The performance specifications given in the instrument descriptions in terms of minimum loads and indentation depths generally correspond to the conditions of minimal natural seismic noise, absence of industrial seismic interference and the use of a good vibration isolation system. The actual noise level on the force and displacement channels depends on the specific operating conditions of the instrument, and the manufacturer labels it as "lab dependent". The digital resolution of the force and displacement channel is usually an order of magnitude less than the declared "lab dependent" noise level.

DESIGN AND COMPOSITION FEATURES OF NANOSCAN-4D

Mechanical loading system

The detailed analysis of design and principles of work of the indenting module and electronics control will be carried out on an example of nanoindenter NanoScan-4D. This device is registered in the State Register of measuring instruments as a nanohardness tester under № 65496-16 and allows to perform the full range of techniques provided by the standards [8-10].

At development NanoScan-4D experience of work with foreign and domestic devices for instrumented indentation was taken into account and their advantages and disadvantages were studied. As a result of the analysis of the obtained results, a scheme with a paired electromagnetic actuator and a capacitive displacement sensor was chosen, Fig.1.

The use of an electromagnetic actuator in the form of a coil located in a cylindrical gap with an axial magnetic field made it possible to indent with loads over 2 N. This kind of actuators are actively used in acoustic systems and the technology of their production is well proven. They effectively convert current into force, are operable over a wide temperature range, are stable and have a linear response over the entire range of operating motions and forces.

A mechanical scheme was chosen that included two actuators that apply a joint force to the rod, on which a capacitive sensor and a diamond indenter are fixed. Using two actuators not only doubled the maximum force of indentation (with twice less thermal power),

и позволяет осуществлять полный спектр методик, предусмотренных стандартами [8-10].

При разработке NanoScan-4D был учтен опыт работы с зарубежными и отечественными приборами для инструментального индентирования и проведено исследование их достоинств и недостатков. В результате анализа полученных результатов была выбрана схема с парным электромагнитным актюатором и емкостным датчиком перемещения (рис.1).

Использование электромагнитного актюатора в виде катушки, расположенной в цилиндрическом зазоре с аксиальным магнитным полем, обеспечило возможность индентирования с нагрузками более 2 Н. Такого рода актюаторы активно используются в акустических системах, а технология их производства хорошо отработана. Они эффективно преобразуют ток в силу, работоспособны в широком интервале температур, стабильны и обладают линейным откликом во всем диапазоне рабочих перемещений и усилий.

Была выбрана механическая схема, включающая два актюатора, прикладывающих совместное усилие к штоку, на котором закреплен емкостной датчик и алмазный индентор. Использование двух актюаторов не только позволило вдвое увеличить максимальное усилие индентирования (при вдвое меньшей тепловой мощности), но и существенно упростило алгоритмы управления всем процессом инструментального индентирования. Два независимых канала приложения силы упрощают процедуру подвода индентора к поверхности, снятие стабильной кривой "нагрузка - глубина", облегчают реализацию сложных алгоритмов измерения типа множественного укола и динамических измерений, когда нагружение осуществляется колеблющимся с небольшой амплитудой индентором. Прибор может быть оснащен сферическим наконечником, позволяющим восстанавливать диаграмму "напряжение - деформация" в режиме нагружения с частичной нагрузкой [11]. Изучение свойств гетерогенных материалов, таких как образцы сталей, прошедших облучение тяжелыми ионами, может быть осуществлено посредством применения динамического инструментального индентирования [12]. Примеры такого рода измерений представлены на рис.2.

При картографировании механических свойств образца один из актюаторов используется для компенсации крупномасштабных

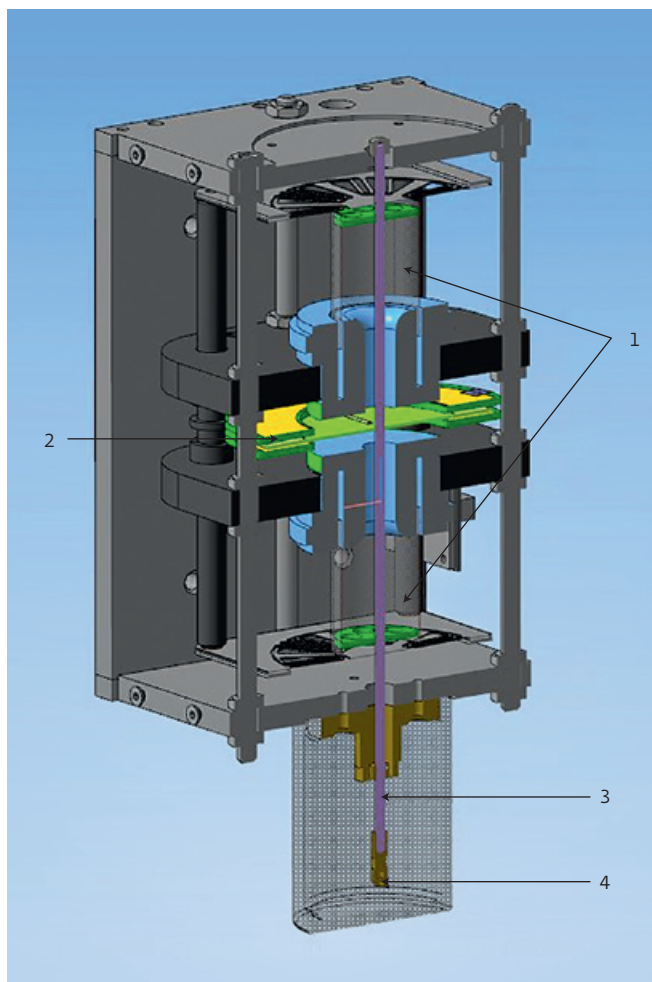


Рис.1. 3D-модель схемы системы нагружения наноиндентора: 1 – магнитная система, 2 – емкостной датчик, 3 – актюаторы, 4 – шток, 5 – индентор

Fig.1. Scheme of the loading system of the nanoindentation tester: 1 – magnetic system, 2 – capacitive sensor, 3 – actuators, 4 – rod, 5 – indenter

but also significantly simplified the control algorithms of the whole process of tool indentation. Two independent channels of force application simplify the procedure of indenting the surface, taking a stable load-depth curve, facilitate implementation of complicated measurement algorithms such as multiple indentation and dynamic measurements when loading is performed by an indenter oscillating with small amplitude. The device can be equipped with a spherical tip that allows reconstructing the stress-strain diagram in the partial-load loading mode [11]. Studying the properties of heterogeneous materials, such as steel samples that have been irradiated with heavy ions, can be carried out by applying dynamic instrumented indentation [12]. Examples of such measurements are presented in Fig.2.

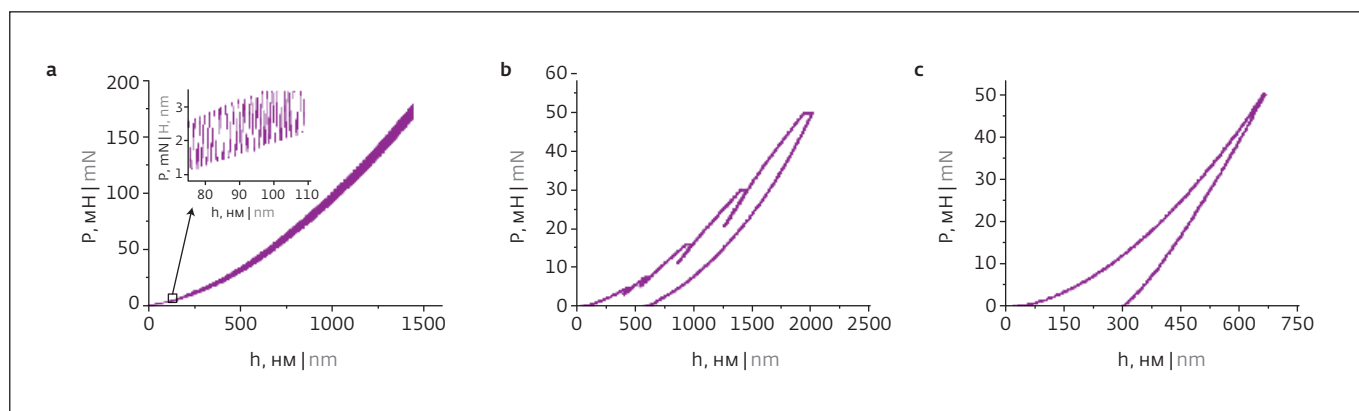


Рис.2. Пример кривых "нагрузки – разгрузка" в трех режимах: квазистатическое-indentирование плавяного кварца (а), нагрузка с частичной разгрузкой сферическим индентором в образец поликарбоната (б), динамическое-indentирование упрочненной облучением стали (с)

Fig.2. An example of loading-unloading curves in three modes: quasi-static indentation of fused quartz (a), loading with partial unloading by a spherical indenter into a polycarbonate sample (b), dynamic indentation of irradiation-hardened steel (c)

неровностей поверхности, а второй осуществляет-indentирование с минимальным и стабильным управляющим током, чем обеспечивается минимизация теплового эффекта, связанного с работой электромагнитного актюатора.

Уменьшению внутренних тепловых дрейфов также способствует использование карбонового штока. Такое решение не только уменьшает термодрейфы и массу подвижной системы, но и увеличивает изгибную жесткость штока, что важно при осуществлении склерометрических испытаний образцов. Увеличению поперечной и изгибной жесткости также способствует размещение удерживавших штоков мембран на удалении от емкостного датчика и алмазного индентора.

Симметричное расположение основных элементов конструкции-indentирующего модуля позволяет эксплуатировать данный модуль как в горизонтальном, так и вертикальном положении. Наличие двух независимо управляемых актюаторов открывает возможность программно осуществлять коррекцию начального положения индентора с учетом направления и величины силы тяжести, действующей на подвижную систему-indentирующего модуля. Для подвижной массы штока со всеми закрепленными на нем элементами, равной 40 гр, и суммарной жесткости двух мембран 10 000 Н/м перемещение средней обкладки емкостного датчика при переворачивании-indentационного модуля вверх ногами составит 80 мкм. Для компенсации такого перемещения один из актюаторов

When mapping the mechanical properties of the sample, one of the attenuators is used to compensate for large-scale surface topography roughness, while the second attenuator performs indentation with a minimum and stable control current, thus minimizing the thermal effect associated with the operation of the electromagnetic actuator.

The use of a carbon shaft also helps to reduce internal thermal drifts. This solution not only reduces thermal drift and the mass of the moving system, but also increases the bending stiffness of the shaft, which is important during sclerometry testing of samples. The transverse and bending stiffness is also increased by placing the membranes holding the shaft at a distance from the capacitive probe and the diamond indenter.

The symmetrical arrangement of the main elements of the indenting module design allows the module to be operated both horizontally and vertically. The presence of two independently controlled actuators makes it possible to programmatically correct the initial position of the indenter taking into account the direction and magnitude of gravity acting on the movable system of the indenting module. For the movable mass of the shaft with all the elements fixed to it equal to 40 g and the total stiffness of the two diaphragms of 10,000 N/m, the displacement of the middle pad of the capacitive sensor when the indentation module is turned upside down will be 80 μm . To compensate such displacement, one of the actuators must generate a force of 0.8 N, which is quite a lot and excludes the use of the same actuator to perform indentation in the load range of hundreds of μN . At a digit capacity of the used DAC of 18 bits and the maximum load of 2 N one bit will correspond to 4 μN , which is a little bit rough for work in the nanoscale range. The presence of the

должен сгенерировать усилие 0,8 Н, что достаточно много и исключает использование этого же актюатора для осуществления индентирования в диапазоне нагрузок сотни мкН. При разрядности используемого ЦАП 18 бит и максимальной нагрузке 2 Н одному биту будет соответствовать 4 мкН, что немного грубовато для работы в нанодиапазоне. Наличие второго актюатора позволяет использовать его в режиме малых нагрузок, например до 10 мН, и в этом случае один бит ЦАП будет соответствовать 0,04 мкН, что позволяет проводить полноценные измерения по любой из методик инструментального индентирования в диапазоне нагрузок до 10 мН.

Высокая поперечная жесткость рабочего штока позволяет реализовать расширение диапазона индентационных усилий вплоть до 50 Н. Схематическое изображение модуля увеличения нормальной нагрузки на индентор представлено на рис.3. Использование такого модуля позволяет оперативно с использованием одного и того же индентора производить сопоставление данных о твердости получаемых методом инструментального индентирования и методом микроиндентирования, когда твердость определяется путем деления силы прижима индентора на площадь восстановленного отпечатка, измеренную с помощью оптического микроскопа.

В данном модуле роль силового актюатора выполняет линейный привод с шаговым двигателем, датчиком силы является тензорезистивный преобразователь, а измерителем глубины погружения – штатный дифференциальный конденсатор наноиндентора с подвижной средней обкладкой.

Схемотехника емкостных преобразователей

Емкостные датчики перемещения активно используются в самых разнообразных измерительных системах – конденсаторных микрофонах, сейсмических датчиках, сенсорных экранах и охранных сигнализациях. Традиционно, в прецизионных измерительных системах они работают в дифференциальном режиме с питанием неподвижных обкладок противофазным высокочастотным напряжением и синхронным детектированием сигнала, снимаемого со средней подвижной обкладки. Такая схема позволяет измерять перемещения подвижной обкладки с разрешением на уровне сотых долей нанометра в полосе регистрации сотен герц. Однако если величина перемещения становится соизмерима с рабочим зазором

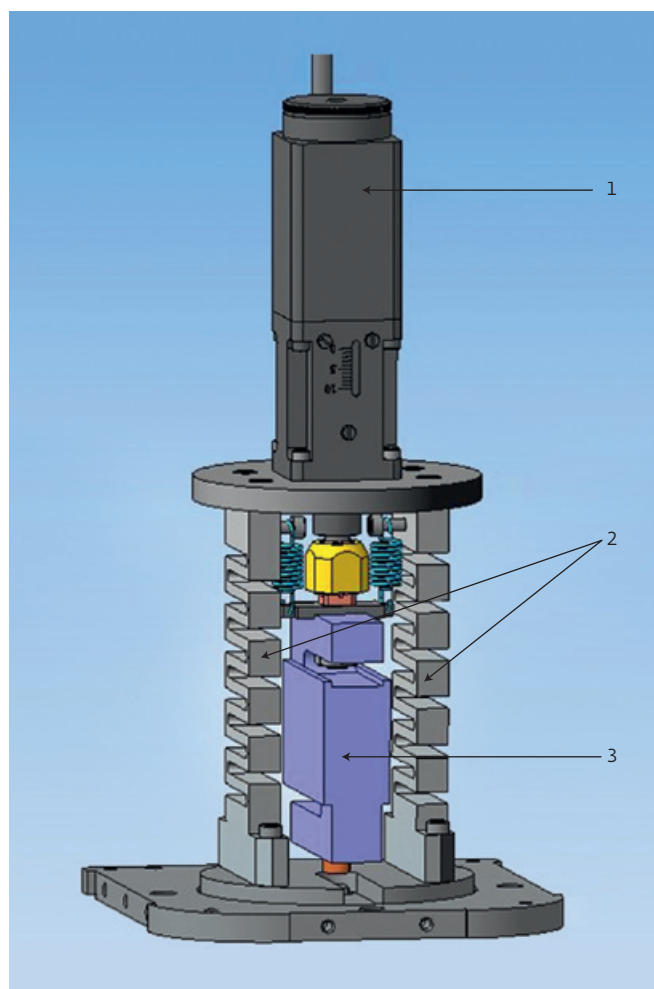


Рис.3. 3D-модель модуля увеличения нормальной нагрузки индентирования: 1 – линейный актюатор, 2 – пружинные элементы, 3 – тензорезистивный датчик силы

Fig.3. 3D model the module for increasing the normal load of indentation: 1 – linear actuator, 2 – spring elements, 3 – strain gauge force sensor

second actuator allows to use it in the mode of small loads, for example, up to 10 mN, and in this case one bit of DAC will correspond to 0,04 μ N, which allows to conduct full measurements on any of the methods of instrumented indentation of the load range up to 10 mN.

The high transverse stiffness of the working shaft allows to realize an extension of the indentation force range up to 50 N. Schematic representation of the module for increasing the normal load on the indenter is shown in Fig.3. The use of such a module makes it possible to compare hardness data obtained by instrumented indentation and by micro-indentation, where hardness is determined by dividing the indenter pressing force by the area of the recovered indentation imprint measured with an

дифференциального конденсатора, нелинейность данной схемы резко возрастает. Как следствие, при ее использовании в датчике перемещения наноиндентора приходится делать рабочие зазоры дифференциального емкостного датчика на порядок больше рабочих глубин индентирования, для обеспечения нелинейности на уровне 0,01%.

В приборах NanoScan-4D наряду с такой схемой включения дифференциального емкостного конденсатора используется модернизированная схема, позволяющая обеспечить требуемый уровень линейности при существенно меньшем рабочем зазоре дифференциального конденсатора, то есть при лучшей пороговой чувствительности для традиционного включения. Линейность зависимости выходного сигнала от смещения подвижной обкладки дифференциального конденсатора обеспечивается модификацией схемы питания неподвижных обкладок, в которой поступающие на них напряжения оказываются прямо пропорциональны рабочим зазорам (рис.4).

Необходимое для такой компенсации напряжение формируется аналоговым перемножителем на один из входов, на который поступает опорное переменное напряжение, а на второй проинтегрированный выходной сигнал синхронного детектора. Примененное схемотехническое решение позволило максимально эффективно использовать возможности дифференциального емкостного датчика, обеспечив низкий уровень шума при традиционном включении и высокую линейность при использовании его в режиме отрицательной обратной связи по возбуждающему напряжению.

Способы расширения динамического диапазона

Система управления электромагнитными актюаторами, используемыми в наноинденторах, также имеет ряд особенностей. Поскольку обмотка актюатора сделана из медного провода, то ее сопротивление возрастает с увеличением температуры и, как следствие, при изменении окружающей температуры или при рабочем нагреве катушки будет изменяться коэффициент, связывающий напряжение, поданное на катушку, и генерируемую ею силу. Поэтому схема управления таким актюатором строится в виде генератора тока (рис.4). В этом случае калибровка канала силы зависит только от величины магнитного поля в рабочем зазоре, а эта величина практически не зависит от внешней окружающей температуры. Таким образом гарантируется

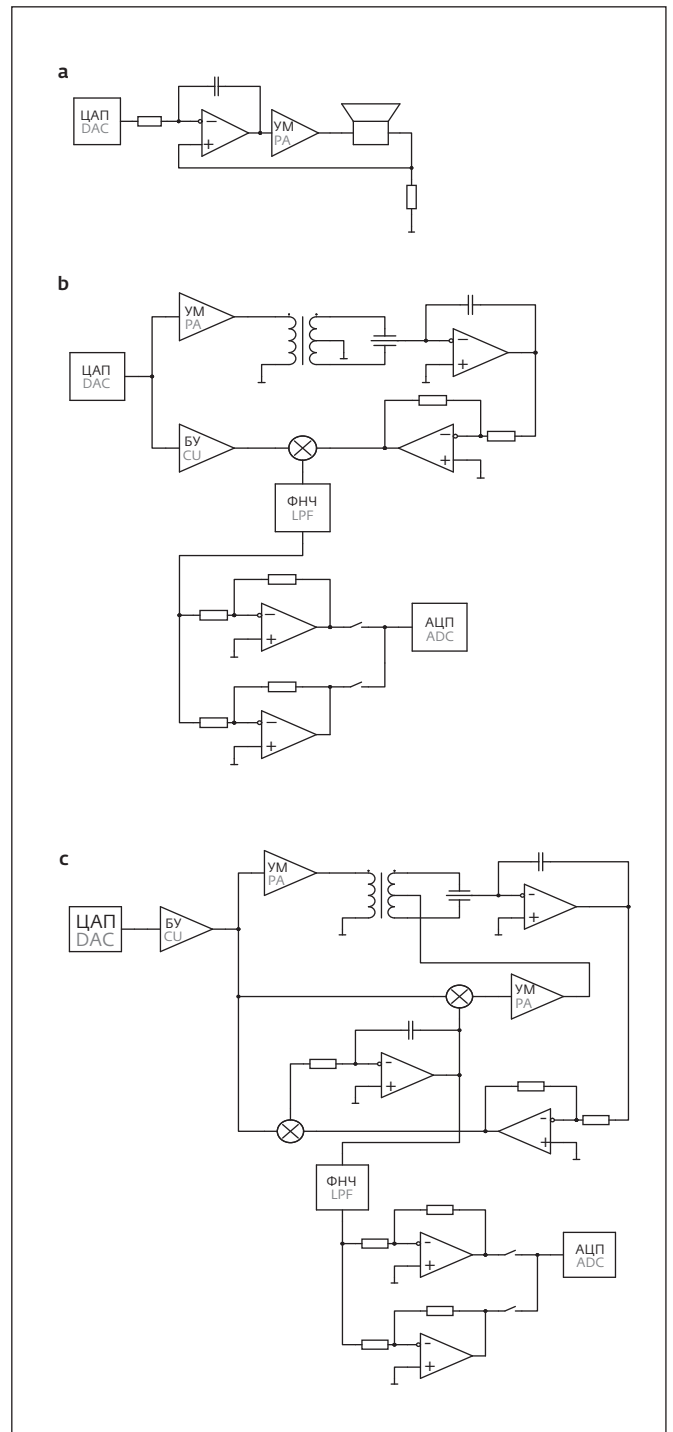


Рис.4. Радиоэлектронное обеспечение наноиндентора: а – схема управления электромагнитным актюатором; б – принципиальная схема классического режима работы емкостного датчика; в – режим работы с отрицательной обратной связью по питающему напряжению емкостного датчика

Fig.4. Capacitive Sensor Power Circuit: a – control circuit of the electromagnetic actuator; b – schematic diagram of the classical mode of operation of the capacitive sensor; c – mode of operation with negative feedback on the supply voltage of the capacitive sensor

стабильность калибровки канала силы во всем рабочем диапазоне температур индентационного модуля от -20 до $+60$ °С с точностью не хуже $\pm 5\%$ в интервале $+15...+30$ °С не хуже $\pm 1\%$. При работе в режиме генератора напряжения из-за изменения сопротивления обмотки актюатора (температурный коэффициент сопротивления медной проволоки $\sim 0,003$ °С $^{-1}$) множитель для пересчета кода ЦАП в усилие упал бы на 30% при изменении температуры от -20 до $+60$ °С.

Полный диапазон изменения силы прижима разбивается на поддиапазоны с максимальным усилием 3 Н, 0,3 Н и 30 мН путем изменения параметров генератора тока, питающего катушки электромагнитного актюатора. Перемещения измеряются с разбивкой на поддиапазоны 300, 100, 30 и 10 мкм. При этом два верхних диапазона реализуются в режиме отрицательной обратной связи по возбуждающему напряжению, а два наиболее чувствительных в режиме обычного дифференциального конденсатора с фиксированным напряжением на неподвижных обкладках. Соответственно, минимальная величина цифрового разрешения по перемещению составляет 0,05 нм, что существенно меньше типичного сейсмического отклика подвижной системы наноиндентора. Полоса частот обрабатывается программным обеспечением в диапазоне от 0 Гц до 10 кГц. Оцифровка данных и генерация сигналов микроконтроллерным радиоэлектронным обеспечением происходит с частотами до 300 кГц и разрядностью 18 бит.

Исследования, проведенные в ходе разработки NanoScan-4D, показали, что требования, предъявляемые к линейности системы подвеса рабочего штока, предполагают разработку мембран со специальным рисунком упругих элементов, обеспечивающим отклонение от линейности при зависимости смещения от силы не более 0,01% во всем диапазоне рабочих перемещений в сотни микрон.

Система подвеса и ее временная и температурная стабильность являются ключевыми параметрами, влияющими на качество измеряемой зависимости "нагрузка - глубина". В этом плане оказалось крайне важным обеспечение одинакового коэффициента температурного расширения материала мембран и несущей конструкции индентирующего модуля. Это особенно сильно проявляется при работе с термостолком и при проведении измерений при повышенных и пониженных температурах, когда прибор располагается в климатической

optical microscope, in a timely manner using the same indenter.

In this load extension module, the role of the force actuator is performed by a linear actuator with a stepper motor, the force sensor is a strain gauge transducer, and the indentation depth sensor is a standard differential capacitor of nanoindenter with a movable middle pad.

Capacitive transducer schematics

Capacitive displacement sensors are actively used in a wide variety of measurement systems – capacitor microphones, seismic sensors, touch screens and security alarms. Traditionally, in precision measuring systems, they operate in differential mode, with the stationary terminals supplied by an anti-phase high-frequency voltage and synchronous detection of the signal taken from the middle moving terminal. Such a scheme allows measuring displacement of the moving shutter with a resolution of a hundredth of a nm in the registration bandwidth of hundreds of Hz. However, if the magnitude of displacement becomes commensurate with the working gap of the differential capacitor, the nonlinearity of the circuit increases dramatically. As a consequence, when using it in a nanoindenter displacement sensor, one has to make the working gaps of the differential capacitive sensor an order of magnitude greater than the working depths of indentation, in order to ensure nonlinearity at the level of 0.01%.

In NanoScan-4D devices along with such electronics scheme of a differential capacitor a modernized scheme is used, which allows providing the required level of linearity at a significantly smaller working gap of a differential capacitor, i.e. at a better threshold sensitivity for traditional inclusion. The linearity of the dependence of the output signal on the displacement of the moving pad of the differential capacitor is ensured by a modification of the supply circuit of the stationary pads, in which the incoming voltages on them are directly proportional to the working gap, Fig.4.

The voltage required for such compensation is formed by an analog multiplier, one of whose inputs receives the reference AC voltage, and the second one receives the integrated output signal of the synchronous detector. The applied circuit solution made it possible to use the capabilities of the differential capacitive sensor as effectively as possible, providing a low noise level when it is switched on traditionally and a high linearity when it is used in the negative excitation voltage feedback mode.

Methods of the dynamic range expansion

The control system of electromagnetic actuators used in nanoindentors also has a number of features. Since the coil of the actuator is made of



камере [13]. Различие в коэффициенте температурного расширения мембраны и несущей конструкции приводит к дополнительному натяжению или сжатию мембраны и, как следствие, уходу не только резонансной частоты, но и нулевого положения датчика перемещения на порядок больше, чем можно было бы ожидать при простом терморасширении части штока, находящейся вблизи горячей области термостолка [9].

ВЫВОДЫ

Рассмотренные в данной работе принципы работы современных нанотвердомеров демонстрируют высокую технологичность метода инструментального индентирования, а также его информативность при проведении локализованных исследований. Данные приборы, предоставляя возможность исследования механических свойств с пространственным разрешением в плоскости образца лучше 100 нм и порядка 30 нм по глубине, позволяют работать с гетерогенными материалами и тонкими функциональными покрытиями, картографируя величину твердости.

Данный класс приборов де факто становится общепринятым стандартом для механических испытаний, постепенно вытесняя микротвердомеры не только из области научных исследований, но и активно внедряясь в сферу промышленной диагностики. Тем не менее, оборудование для инструментального наноиндентирования представляет собой сложные аппаратно-программные комплексы, проводящие прецизионные измерения малых сигналов на пределе чувствительности первичных преобразователей, входящих в их конструкцию. Для корректной работы таких измерительных приборов, получения достоверных результатов об исследуемых объектах, а также для обеспечения метрологической основы таких измерений все тракты, по которым проходит первичный измеряемый сигнал, должны быть оптимизированы и согласованы по их разрешению, линейности и шумам.

ИНФОРМАЦИЯ О РЕЦЕНЗИРОВАНИИ

Редакция благодарит анонимного рецензента (рецензентов) за их вклад в рецензирование этой работы, а также за размещение статей на сайте журнала и передачу их в электронном виде в НЭБ eLIBRARY.RU.

Декларация о конфликте интересов. Авторы заявляют об отсутствии конфликтов интересов или личных

copper wire, its resistance increases with increasing temperature, and as a consequence, when the ambient temperature changes or the coil is heated during operation, the coefficient linking the voltage applied to the coil and the force it generates will change. Therefore, the control circuit of such an actuator is built in the form of a current generator, Fig.4. In this case, the force channel calibration depends only on the magnetic field value in the working gap, and this value is practically independent of the external ambient temperature. Thus, it is guaranteed that the calibration of the force channel in the entire operating temperature range of the indentation module from $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ to $+60\text{ }^{\circ}\text{C}$ with an accuracy no worse than $\pm 5\%$, and in the range from $+15\text{ }^{\circ}\text{C}$ to $+30\text{ }^{\circ}\text{C}$ no worse than $\pm 1\%$. When working in a voltage generator mode, due to the change of resistance of the actuator winding (temperature coefficient of resistance of copper wire $\sim 0,003\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$), the multiplier for DAC code conversion to force would fall by 30% at temperature change from $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ to $+60\text{ }^{\circ}\text{C}$.

The full range of variation of normal force is divided into subranges with a maximum force of 3N, 0.3N and 30mN, by changing the parameters of the current generator that supplies the coils of the electromagnetic actuator. Displacements are measured in the same way with a breakdown into subranges of 300 microns, 100 microns, 30 microns and 10 microns. The two upper two ranges are implemented in the negative excitation voltage feedback mode, and the two most sensitive ones in the mode of an ordinary differential capacitor with a constant voltage on the fixed pads. Accordingly, the minimum value of digital displacement resolution is 0.05 nm, which is significantly less than the typical seismic response of a moving nanoindenter suspension system. The bandwidth processed by the software is from 0 Hz to 10 kHz. Digitization of data and generation of signals by the embedded microprocessor software is performed with frequencies up to 300 kHz and 18-bit digital resolution.

Research conducted during the development of the NanoScan-4D showed that the requirements to the linearity of the suspension system of the working shaft imply the development of flat springs of a membrane type with a special pattern of elastic elements, providing deviation from linearity in dependence on the force displacement not more than 0.01% over the whole range of working movements, which is hundreds of microns.

The suspension system and its time and temperature stability are key parameters affecting the quality of the load-depth relationship measured. In this regard, it turned out to be extremely important to

отношений, которые могли бы повлиять на работу, представленную в данной статье.

ЛИТЕРАТУРА / REFERENCES

1. Oliver W.C., Pharr G.M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology // *J. Mater. Res.* 2004. Vol. 19, no. 1. PP. 3–20.
2. Булычев С.И. *et al.* Определение модуля Юнга по диаграмме вдавливания индентора // *Заводская лаборатория.* 1975. Вып. 41, № 9. С. 1137–1140.
3. BS EN ISO 14577: 2015. Metallic materials. Instrumented indentation test for hardness and materials parameters.
4. Усеинов А.С. *et al.* ISO – ЭТО ПРОСТО! // *НАНОИНДУСТРИЯ.* 2015. Vol. 7 (61). PP. 52–61.
5. Fischer-Cripps A.C., Fischer-Cripps Anthony C. *Nanoindentation.* Springer New York, 2011. 287. P. 6. Электронный ресурс: <http://nanovea.com/wp-content/themes/wp-nanovea/brochures/mechanicaltesters.pdf>.
6. Leroux P. Material testing apparatus with non-contact sensor (US 8281648 B2). 2008.
7. Sergeev P.B., Kravchuk K.S., Morozov N.V. Absorption spectra and mechanical properties of C : F nanocoatings deposited from laser plasma onto leucosapphire surface // *Quantum Electron.* 2022. Vol. 52, no. 4. PP. 376–381.
8. Усеинов А.С. *et al.* Измерение механических свойств методом инструментального индентирования в широком диапазоне температур // *НАНОИНДУСТРИЯ.* 2021. Вып. 14, № 2. С. 108–116.
9. Frolova M.G. *et al.* Properties of silicon carbide fibers obtained by silicification of carbon fabric with SiO vapours // *Ceram. Int.* 2020. Vol. 46, no. 11. PP. 18101–18105.
10. Gladkikh E.V. *et al.* Estimation of the equation parameters of the elastoplastic state of the material by the results of instrumental indenting // *ChemChemTech.* 2021. Vol. 64, no. 12. PP. 28–33.
11. Gladkikh E.V. *et al.* Comparison of Hardening Effects of Eurofer97 and Ods Eurofer Steels Under Ion Irradiation // *Izv. Vyss. Uchebnykh Zaved. Seriya Khimiya i Khimicheskaya Tekhnologiya.* 2020. Vol. 63, no. 12. PP. 57–62.
12. Кравчук К.С., Gladkikh E.V., Морозов А.В. Исследование нанодинамических механических свойств автомобильных протекторных резин в диапазоне температур от -60 до 60 °C с помощью нанотвердомера "НАНОСКАН-4D" // *НАНОИНДУСТРИЯ.* 2019. Вып. 12, № 7–8. PP. 444–449.

ensure the same coefficient of thermal expansion of the flat spring material and the indentation module support structure. This is especially strong when working with a thermal stage and making measurements at increased and decreased temperatures, when the device is located in a climatic chamber [13]. The difference in the thermal expansion coefficient of the flat spring and the supporting structure leads to an additional tension or compression of the flat spring and as a consequence not only the resonance frequency, but also the zero position of the displacement sensor is an order of magnitude greater than would be expected with a simple thermal expansion of the portion of the stem near the hot region of the thermal stage [9].

CONCLUSIONS

The principles of modern nanoindenter design considered in this work demonstrate the high performance of the instrumented indentation method as well as its informativeness for localized studies. These devices, providing the possibility to study mechanical properties with a spatial resolution better than 100 nm and about 10 nm in depth, allow to work with heterogeneous materials and thin functional coatings, mapping the value of hardness.

This class of instruments is de facto becoming the accepted standard for mechanical testing, gradually replacing micro-hardness testers not only from the field of scientific research, but also actively penetrating into the field of industrial diagnostics. Nevertheless, the equipment for instrumented nanoindentation is a complicated hardware-software complexes, carrying out precision measurements of small signals on the sensitivity limit of primary transducers, included in their design. For correct operation of such measuring devices, for obtaining reliable results about investigated objects, as well as for providing metrological basis for such measurements, all paths through which the primary measured signal passes, should be optimized and coordinated by their resolution, linearity and noise.

PEER REVIEW INFO

Editorial board thanks the anonymous reviewer(s) for their contribution to the peer review of this work. It is also grateful for their consent to publish papers on the journal's website and SEL eLibrary eLIBRARY.RU.

Declaration of Competing Interest. The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.