



ComEd
“Development of competences of educational staff by integrating operational tasks into measures of vocational training and further education”

Activitate pentru explorare
Determinarea duritatii si a modulului lui Young
la scara redusa prin indentare cu monitorizarea adincimii (Depth-sensing indentation - DSI)

(Stand: 09/2010)

National Institute for R&D in Microtechnologies
(IMT-Bucharest)
Scientific Services – Head of Department
32B Erou Iancu Nicolae St, Bucharest
PO Box 38-160, Bucharest 023573, Romania
Phone: +40.21.490 84 12; +40.21.490 82 12/ext. 32,27
Mobile +40 722 383 075; Fax: +40.21.490 82 38;
<http://www.imt.ro>



Lifelong Learning Programme

This project has been funded with support from the European Commission.
This publication [communication] reflects the views only of the author, and the Commission cannot be held responsible for any use which may be made of the information contained therein.

Activitate pentru explorare: **Determinarea duritatii si a modulului lui Young la scara redusa prin indentare cu monitorizarea adincimii (Depth-sensing indentation - DSI)**

Cuprins

1. Subiectul explorarii si	1
2. Background information	1
3. Utilitati pentru explorare	2
4. Rezultatele explorarii	2
5. Probleme identificate, imbunatatiri necesare	2
6. Materiale atasate.....	2

1. Subiectul explorarii

Estimarea proprietatilor mecanice ale materialelor la scara redusa (in domeniul micro/nano al fortelor si deplasarilor) reprezinta o chestiune de importanta crescinda intr-o serie de domenii de aplicatie. In particular, in domeniul straturilor subtiri si de acoperire, pe masura cresterii importantei industriale si a complexitatii structurale a acestora, varietatea proceselor de obtinere si grosimile disponibile furnizeaza o gama larga de proprietati mecanice. Determinarea precisa a acestor proprietati se confrunta cu doua principale probleme: dependenta de dimensiune a proprietatilor de material la aceasta scara, spre deosebire de cazul materialelor macroscopice (bulk) si influenta substratului asupra raspunsului mecanic al sistemului.

Indentarea cu monitorizarea adincimii (DSI) (Nanoindentarea), o tehnica de testare cantitativa pentru volume mici derivata din testarea traditionala a duritatii, este in mod special adecvata pentru astfel de caracterizari si a devenit un instrument de baza pentru investigarea proprietatilor mecanice ale unor volume reduse de material (filme subtiri, acoperiri) sau pentru testarea de materiale macroscopice la scara micro/nano. Deoarece tehnica investigheaza volume micro/nanometrice de material, in cazul filmelor subtiri sau acoperirilor pe substrat ea prezinta avantajul de a putea estima comportarea mecanica a filmului independent de substratul existent.

Nanoindentarea opereaza prin presarea si retragerea successiva a unui virf indenter cu geometrie cunoscuta intr-un material planar cu proprietati necunoscute, in timp ce forta de apasare si deplasarea in material sint controlate si monitorizate continuu cu ajutorul unor instrumente de inalta rezolutie. Datele privind forta si deplasarea contin o serie intreaga de informatii, iar printr-o metodologie adecvata se pot obtine din aceste curbe duritatea (H) si modulul lui Young (E), alaturi de diferite alte proprietati mecanice.

Va rugam sa indepliniti urmatoarele sarcini:

- Descrieti componentele de baza si principiile de operare ale unui echipament DSI
- Specificati limitele de validitate si principalii pasi ai metodologiei Oliver-Pharr pentru evaluarea E si H

2. Background information

- Formatie in fizica sau inginerie
- Cunostinte de baza despre proprietatile mecanice ale solidelor

- Cunostinte la nivel de baza pentru operarea Nano Indenterului G200 (Agilent Technologies), inclusiv software-ul

3. Utilitati pentru explorare

- Materiale informative asupra indentarii cu monitorizarea adincimii (Depth-sensing indentation testing) si ghiduri de bune practici in domeniu
- Nano Indenterul G200 (Agilent Technologies) cu software-ul corespunzator

4. Rezultatele explorarii

Prezentare referitoare la principiul de testare prin DSI si instrumentatia corespunzatoare, impreuna cu un exercitiu privind masurarea E si H folosind Nano Indenterul G200 (Agilent Technologies).
Prezentarea este destinata pregatirii si instruirii profesionale.

Demonstratie practica privind montarea probelor si planificarea unei masuratori de duritate si modul de elasticitate longitudinal prin tehnica DSI.

5. Probleme identificate, imbunatatiri necesare

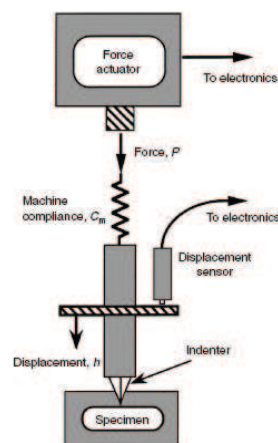
6. Materiale atasate

Prezentare PowerPoint.

Activitate pentru explorare:

**Determinarea duritatii si a
modulului lui Young la scara
redusa prin indentare cu
monitorizarea adincimii
(Depth-sensing indentation -
DSI)**

**Echipamentul utilizat pentru
indentarile tip DSI**

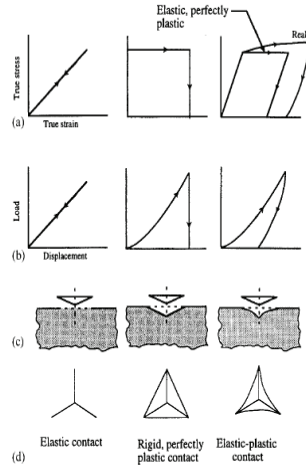


**Principalele
componente ale unui
instrument DSI generic :**

- un actuator pentru aplicarea fortei
- un indenter cu geometrie specifica, montat pe o coloana rigida, avind rolul de transmisie a fortei
- un senzor pentru masurarea deplasarilor indenterului

Reprezentare schematica a principalelor componente ale unui sistem de testare prin indentare cu monitorizarea adincimii (DSI)

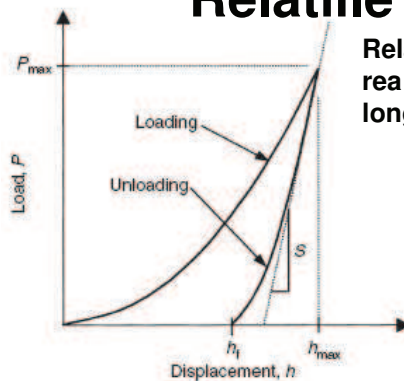
Indentarea si proprietatile materialelor - Deformarea elasto-plastica



- Reprezentare schematica a :
- (a) curbelor tensiune-deformare
 - (b) curbelor forta-deplasare (pentru indentare)
 - (c) deformarii suprafetei dupa retragerea indenterului
 - (d) amprentelor reziduale

- pentru urmatoarele tipuri de solide
- elastice ideale
 - rigide- perfect plastice
 - elastice- perfect plastice
 - elastice- plastice reale

Principiul indentarii cu monitorizarea adincimii (DSI) - Relatiile fundamentale



Relatiile fundamentale pentru determinarea duritatii H si a modului de elasticitate longitudinal E:

$$H = \frac{P}{A} \quad \text{si} \quad E_r = \frac{\sqrt{\pi} S}{2\beta \sqrt{A}}$$

unde P este the forta de incarcare

- A este proiectia ariei de contact la incarcarea P
- E_r : modulul de elasticitate redus: $\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i}$
- ν, ν_i sint coeficientii Poisson pentru materialele probei si indenterului
- S (rigiditatea contactului) este panta portiunii superioare a curbei de descarcare ($S = dP/dh$).
- β este o constanta care depinde de geometria indenterului

Reprezentare schematica a relatiei intre forta si deplasare pentru un ciclu complet de incarcare-descarcare intr-un experiment de indentare

Principiul indentarii cu monitorizarea adincimii (DSI) - Determinarea rigiditatii contactului (Contact Stiffness)

Metoda Oliver-Pharr:

- (i) Se fiteaza portiunea de descarcare a curbei forta-deplasare (doar zona superioara, corespunzatoare revenirii elastice) cu relatia:

$$P = B(h - h_f)^m \quad (1)$$

unde B and m sint parametri determinati empiric, iar h_f este deplasarea finala dupa descarcarea completa, determinata tot din fitare (vezi figura).

- (ii) **Rigiditatea contactului - S** este stabilita prin diferentierea analitica a Eq 1 si evaluarea rezultatului la adincimea maxima de patrundere, $h = h_{max}$

$$S = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{h=h_{max}} = Bm(h_{max} - h_f)^{m-1} \quad (2)$$

Principiul indentarii cu monitorizarea adincimii (DSI) - Determinarea ariei de contact

- (iii) h_c se estimeaza ca:

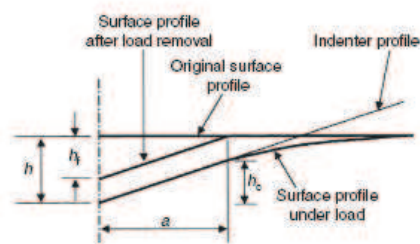
$$h_c = h - \varepsilon \frac{P}{S} \quad (3)$$

unde ε este o constanta care depinde de geometria indenterului

- (iv) **Proiectia ariei de contact, A**, este calculata prin evaluarea functiei de arie a indenterului $A = f(d)$ la adincimea h_c

$$A = f(h_c) \quad (4)$$

- (v) **Functia de arie a indenterului, A = f(d)** (determinata empiric) asociaza aria sectiunii transversale a indenterului (A) cu distanta (d) fata de virful acestuia



Reprezentare in sectiune a contactului vir-proba pentru o indentare cu simetrie axiala

Exercitiu: Masurarea E and H folosind tehnica indentarii tip DSI cu Nano Indenterul Agilent G200

Methoda Oliver-Pharr este aplicabila in cazul materialelor izotrope, care nu prezinta o deformare variabila in timp (fluaj sau viscoelasticitate). Pentru materiale care nu prezinta nici fenomenul caracteristic de acumulare (pile-up), valorile H and E pot fi in general determinate prin aceasta metoda cu o precizie de aprox. $\pm 10\%$.



Nano Indenterul G200 (Agilent Technologies) aflat in functiune la IMT-Bucuresti

Specificatii tehnice pentru echipamentul G200

- Nivelul de zgomot pentru deplasare: 1 nm
- Deplasarea maxima in adincime: 500 μm
- Nivelul de zgomot pentru forta de incarcare: 100 nN
- Incarcarea maxima: 500 mN
- Precizia de pozitionare: 1 μm

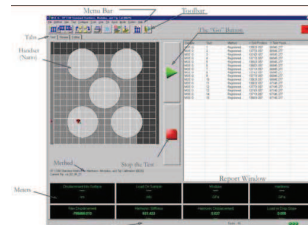
Exercitiu: Masurarea E and H folosind tehnica indentarii tip DSI cu Nano Indenterul Agilent G200

In acest exercitiu este ilustrata o metoda de testare conforma cu standardul ISO 14577

- Incarcati probele pe caruciorul glisant specializat si ajustati inaltimea acestora.
- Lansati programul NanoSuite.
- Accesati metoda *XP ISO 14577 Standard Test Method*.
- Selectati *Batch Mode* din meniul *Mode*.
- Dati Click pe tabul *Define* pentru a deschide pagina *Define*. Asistentul wizard din partea stinga a ecranului va va ajuta in definirea unui lot (batch) general de masuratori.



Fixarea caruciorului de probe in sistemul de deplasare



Ecranul de pornire

Exercitiu: Masurarea E and H folosind tehnica indentarii tip DSI cu Nano Indenterul Agilent G200

• Selectati optiunea *Start a New Batch*.
In ecranul care rezulta in panoul din dreapta selectati optiunile dorite, conform Fig. 1.

• Cind sinteti solicitati, modificati dupa dorinta setarile in ecranul respectiv din panoul din dreapta, asa cum se arata in Fig. 2.

Nota: Parametrul *Allowable Drift Rate* stabileste criteriile de stabilitate termica pentru initierea testarii.

Sample 1.mss

Delta X For Finding Surface (um)
50.000

Delta Y For Finding Surface (um)
-50.000

Allowable Drift Rate (nm/s)
0.200

Fig. 2 Optiunile privind detectarea suprafetei (Surface Find) si stabilitatea termica (Allowable Drift Rate)

Review Sample Names at the Beginning of the Batch.

Review Test Locations at the start of the batch.

Delay before Running

Prompt User for Start Time

Use Default Start Time

Default Start Time
[5] [00] [P]

Fig. 1 Optiuni selectabile initial

Exercitiu: Masurarea E and H folosind tehnica indentarii tip DSI cu Nano Indenterul Agilent G200

• Cind sinteti solicitati, modificati dupa dorinta setarile in ecranul rezultat in panoul din dreapta, conform ilustratiei din Fig. 3.

• Continuati sa dati click pe butonul Next Step pina la aparitia solicitarii pentru completarea cimpului *Required Inputs* (Fig. 4). Definiti parametrii de input dupa dorinta. In cele mai multe cazuri puteti lasa toti parametrii la valorile lor implicite, cu exceptia parametrilor *Force Limit First Test* si *Poisson's ratio*.

Pentru mai multe informatii privind aceste setari consultati manualul *User's Manual for Nano Indenter XP Compliant with ISO 14577*.

Sample 1.mss

Surface Approach Distance (nm)
1000.000

Surface Approach Sensitivity (%)
50.000

Surface Approach Velocity (mm/s)
20.000

Approach Distance To Store (nm)
1000.000

Fig. 3 Options for Surface Approach

Sample 1.mss

Display Name	Value	Units
Do Drift Hold When Max Force ...	100.000	mN
Peak Hold Time	10.000	s
Percent To Unload	90.000	%
Force Limit First Test	500.000	mN
Force Decrement Factor	1.000	
Time To Load	30.000	s
Poissons Ratio	0.180	

Fig. 4 Required Inputs

Exercitiu: Masurarea E and H folosind tehnica indentarii tip DSI cu Nano Indenterul Agilent G200

- Selectati in vederea testarii o zona cit mai curata de pe suprafata probei.
- Dati Click pe butonul *Define Array of Tests Beginning at this Location*.
- Specificati numarul si intervalul dintre indentari in fereastra de dialog rezultata (Fig. 6).
- Initiati testarea dind Click pe sageata verde din pagina *Test*.
- Asteptati incheierea testului si examinati rezultatele in panoul *Results* sau folosind diferitele optiuni din sectiunea *Review Graph*.

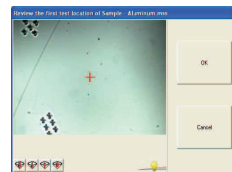


Fig. 5
Selectarea unei locatii curate pentru testare

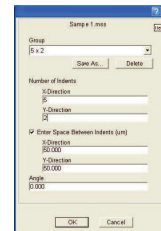


Fig. 6
Fereastra de dialog pentru definirea formatului locurilor de testare

Exercitiu: Masurarea E and H folosind tehnica indentarii tip DSI cu Nano Indenterul Agilent G200

- Pentru fiecare proba testata este generat automat un raport de masura. Pentru a-l afisa pe ecran selectati optiunea *Print Preview >> >> Sample* din meniul *File*.
- Prima sectiune a raportului contine o reprezentare tabelara a rezultatelor definite in standardul ISO 14577, Partea 1. Tabelul include E_{IT} and H_{IT} pentru fiecare test, impreuna cu valorile medii si deviatii standard respective. Urmatoarea sectiune a raportului contine grafice ale E_{IT} si H_{IT} in functie de deplasarea in suprafata testata.

Test Results:							
Test #	F_inset mm	h_inset mm	E_{IT} N/mm ²	Unc. E_{IT} N/mm ²	H_{IT} N/mm ²	Unc. H_{IT} N/mm ²	HMA N/mm ²
1	50.0	723.0	646.00	713.4	729	145.4	3540
2	50.0	718.6	6380.1	770.1	724.5	148.6	3560
3	50.0	726.9	65266	723.9	7207	147.7	3537
4	50.0	718.2	63964	793.1	7225	148.7	3560
5	50.0	719.0	6523.1	762.6	7312	148.8	3559
Mean:	50.0	719.7	65426	743.8	7235	148.4	3551
Std. Dev.:	0.0	1.1	652	37.9	62	0.2	11
% COV:	0.02	0.16	0.99	5.11	0.85	0.31	0.32

Test #	Unc. HMA N/mm ²	HMA N/mm ²	Unc. HMA N/mm ²	Normalized Wa	Time At Start Of Approach	Test Temperature C	Test Correction mm/s
1	51.6	3690	0.796	61.33	12.31 P	19.824	0.149
2	51.9	3694	1.055	61.52	12.30 P	20.007	0.133
3	51.9	3678	0.963	61.01	12.42 P	19.824	0.146
4	51.9	3689	1.144	61.37	12.47 P	20.068	0.136
5	51.9	3701	0.927	61.25	12.52 P	20.068	0.133
Mean:	51.8	3690	0.917	61.30		19.958	0.132
Std. Dev.:	0.1	8	0.193	0.19		0.125	0.004
% COV:	0.25	0.23	21.88	0.31		0.63	2.59

Exemplificare a partii unui raport tipic continind rezultatele unui test efectuat conform standardului ISO 14577