



УДК 51189.6

И. К. Валеева, И. О. Горошко, кандидаты физ.-мат. наук
Ин-т проблем моделирования
в энергетике им. Г.Е. Пухова НАН Украины
(Украина, 03164, Киев, ул. Генерала Наумова, 15,
тел.: (044) 4243541, E-mail: valyeyeva@rambler.ru)

Определение пластических свойств тонких пленок по данным индентирования

Исследовано влияние пластических свойств материала пленки на нагрузочный участок зависимости силы от перемещения индентора для мягкой пленки на твердой подложке. Предложена методика исследования поведения нагрузочных кривых на основе рассмотрения их аппроксимационного степенного спектра.

Досліджено вплив пластичних властивостей матеріалу плівки на навантажувальну ділянку залежності сили від переміщення індентора для м'якої плівки на твердій підложці. Запропоновано методику дослідження поведінки навантажувальних кривих на основі розгляду їх апроксимаційного ступеневого спектра.

К л ю ч е в ы е с л о в а: компьютерное моделирование, микро- и наноиндентирование, тонкие пленки, пластические свойства.

Для определения механических свойств приповерхностных слоев твердых тел и тонких пленок используются методы микро- и наноиндентирования, основанные на измерении зависимости глубины h погружения индентора в материал от прилагаемой к нему силы P на этапах нагружения и разгрузки.

По данным индентирования можно определять не только твердость и модуль упругости материала [1, 2], но и его пластические свойства — предел текучести и характеристики упрочнения. Сложность процесса упругопластического деформирования при индентировании не позволяет получить аналитические оценки, характеризующие влияние пластических параметров на зависимость силы от глубины погружения. Поэтому для получения информации о пластических свойствах материала эффективным является использование конечно-элементного моделирования процессов упругопластического деформирования при индентировании, в частности, модельных зависимостей, получаемых в результате экспериментов, численного моделирования, теории подобия и аналитических оценок [3—6].

При исследовании механических характеристик нанесенных на поверхность подложки пленок с отличающимися свойствами в случаях, ког-

да глубина индентирования не превышает некоторого критического значения, с достаточной степенью точности могут быть использованы зависимости, полученные для однородных материалов. Критическая глубина индентирования может варьироваться приблизительно от 10 % толщины слоя (при твердой пленке на мягкой подложке) до 50 % и более (при мягкой пленке на твердой подложке) [2, 7, 8]. В случае, когда ограничиться критической глубиной при индентировании не удастся, для определения механических параметров материала пленки необходимо применение специальных методов, учитывающих деформационные свойства подложки [2, 8].

При индентировании однородного материала коническими или пирамидальными инденторами наблюдается подобие деформированного состояния, вследствие чего нагрузочный участок кривой зависимости силы от перемещения индентора представляет собой квадратную параболу (закон Кика) [3]. В этом случае оценка пластических параметров материала только по нагрузочному участку кривой $P(h)$ оказывается невозможной. Поэтому для определения пластических свойств материалов в большинстве случаев пользуются данными, полученными при использовании сферических инденторов [9]. Оценка пластических параметров по данным индентирования коническими и пирамидальными инденторами проводится на основе нагрузочного и разгрузочного участков кривой [3] или на основе данных, получаемых при индентировании конусами и пирамидами с различными углами раствора [10].

Иная ситуация наблюдается при индентировании коническими или пирамидальными инденторами пленок на подложках с отличающимися механическими свойствами. Кривая нагружения при этом не является параболой, и на ее поведение оказывают влияние упругие и пластические характеристики материала пленки и подложки. В этом случае появляются дополнительные возможности использования данных, получаемых на нагрузочном участке кривой $P(h)$ для оценки пластических свойств тонких пленок.

Для исследования особенностей процесса упругопластического деформирования при индентировании пленок на подложках проведен ряд численных экспериментов. В качестве пленки выбран модельный материал [11], близкий по свойствам к алюминию (модуль Юнга $E = 70$ ГПа, коэффициент Пуассона $\nu = 0,25$, предел текучести $\sigma_y = 228,5$ МПа). Толщина пленки h_0 принята равной 150 нм. Описание упругопластического поведения материала пленки выполнено с помощью модели упругого идеально пластического материала ($n = 0$) и модели упругопластического материала со степенным упрочнением, для которого зависимость между

истинными напряжениями и деформациями имеет вид [3]

$$\sigma = \begin{cases} E\varepsilon, & \sigma \leq \sigma_y, \\ \sigma_y \left(1 + \frac{E}{\sigma_y} \varepsilon_p \right)^n, & \sigma > \sigma_y, \end{cases} \quad (1)$$

где σ_y — предел текучести; ε_p — пластическая деформация; n — показатель упрочнения.

В качестве материала подложки выбран карбид кремния, модуль упругости ($E = 450$ ГПа) и предел текучести ($\sigma_y = 12,5$ ГПа) которого значительно превышают значения соответствующих параметров для алюминия, а коэффициент Пуассона ν равен 0,16 [12]. Было принято, что материал конического индентора абсолютно твердый, угол полураствора конуса равен $70,3^\circ$, а коэффициент трения между индентором и поверхностью материала равен нулю.

При анализе результатов моделирования индентирования системы мягкая пленка — твердая подложка оказалось, что кривые нагружения хорошо аппроксимируются полиномом четвертой степени вида

$$\tilde{P}_h(h) = a_2 h^2 + a_3 h^3 + a_4 h^4. \quad (2)$$

Анализ кривых нагружения, полученных в результате численного моделирования индентирования рассматриваемой системы, показал, что их на-

n	a_2	a_3	a_4	a_2	a_3	a_4
	$\sigma_y = 228,5$ МПа			$\sigma_y = 251,35$ МПа		
0	0,020	0,029	0,028	0,022	0,031	0,06
0,1	0,025	0,051	0,29	0,027	0,057	0,32
0,2	0,031	0,082	0,87	0,033	0,089	0,95
0,3	0,037	0,14	1,7	0,039	0,15	1,8
0,4	0,044	0,21	2,8	0,046	0,22	2,9
0,5	0,053	0,31	4,2	0,05	0,32	4,3
	$\sigma_y = 297,05$ МПа			$\sigma_y = 342,75$ МПа		
0	0,025	0,042	0,062	0,028	0,049	0,099
0,1	0,03	0,066	0,41	0,034	0,074	0,52
0,2	0,036	0,098	1,12	0,040	0,109	1,28
0,3	0,043	0,16	2,02	0,046	0,186	2,11
0,4	0,050	0,24	3,15	0,054	0,255	3,35
0,5	0,059	0,33	4,59	0,062	0,344	4,77

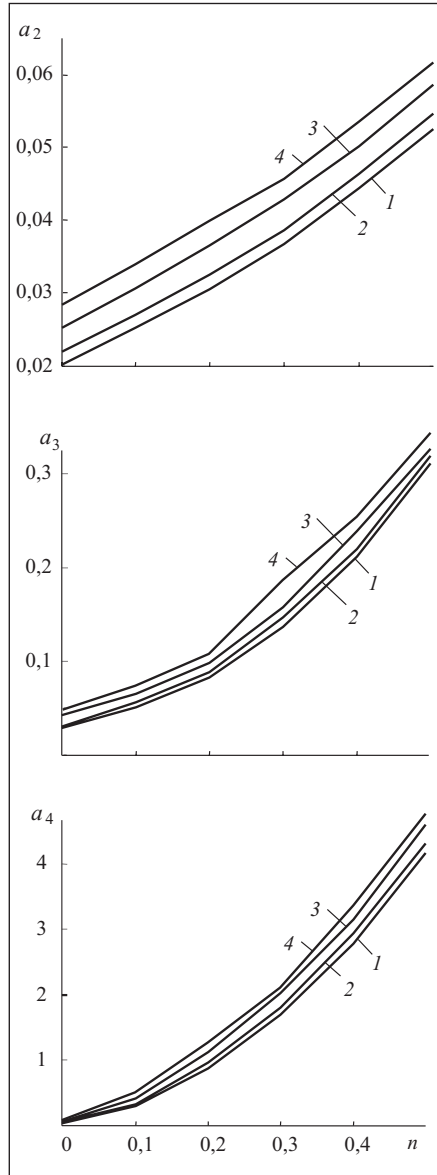


Рис. 1. Графики зависимостей коэффициентов a_k от значения n : 1 — $\sigma_y = \sigma_{y_0}$; 2 — $\sigma_y = 1,1 \sigma_{y_0}$; 3 — $\sigma_y = 1,3 \sigma_{y_0}$; 4 — $\sigma_y = 1,5 \sigma_{y_0}$;

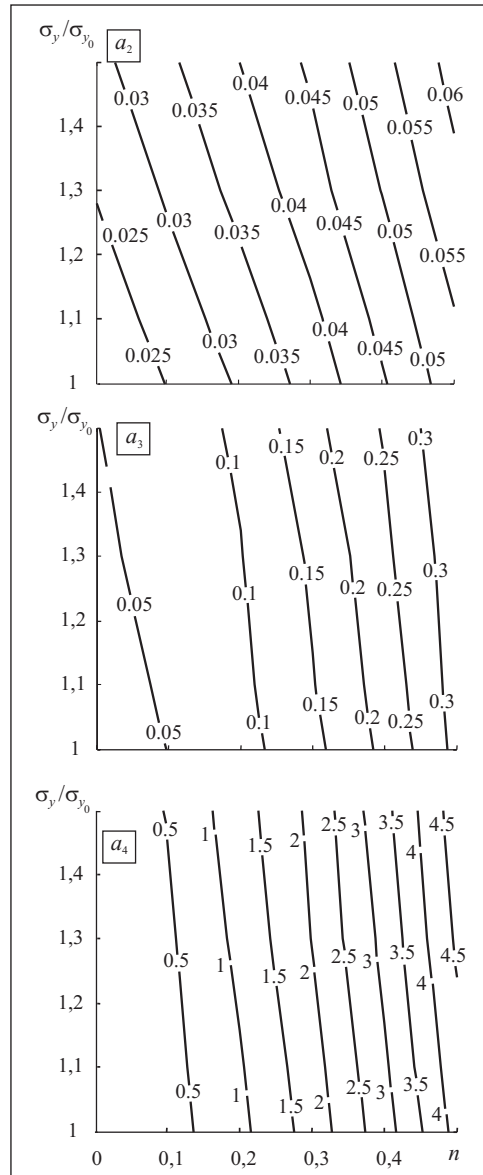


Рис. 2. Карты линий уровня коэффициентов a_k

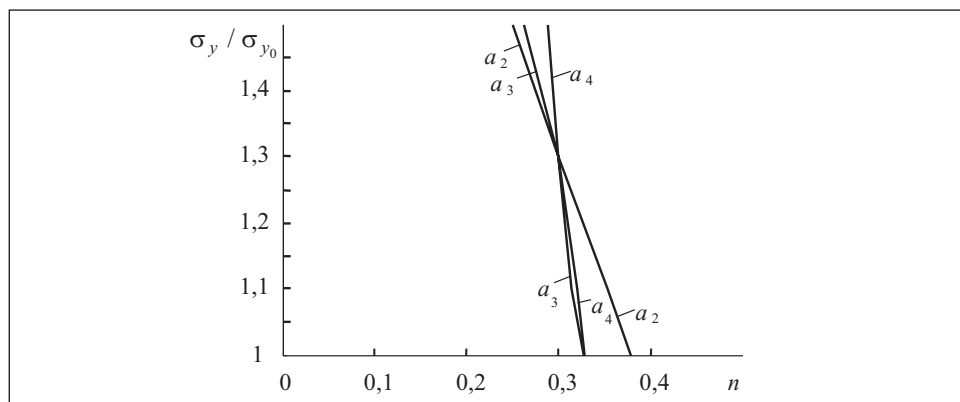


Рис. 3. Графики функций $a_k(\sigma_y, \sigma_{y_0})$ при $\sigma_y = 1,3\sigma_{y_0} = 297,05$ МПа и $n = 1,3$

чальные участки с большой точностью описываются квадратной параболой. Это позволяет определять коэффициент a_2 с помощью квадратичной аппроксимации начального участка кривой $P(h)$. Однако при увеличении глубины отклонение кривой $P(h)$ от квадратичной зависимости становится значительным, причем на ее поведение оказывает существенное влияние величина и характер упрочнения материала пленки.

Была проведена оценка зависимости коэффициентов приближения a_k (2) от пластических параметров пленки. При расчетах для материала пленки варьировались значения σ_y и n в соответствии со степенным законом упрочнения. Коэффициенты полинома (2) определяли по следующей схеме:

- 1) a_2 — приближением по методу наименьших квадратов расчетной кривой $P(h)$ на участке от нуля до $h_2 = 0,02$ мкм;
- 2) a_3 — аппроксимацией на участке от нуля до $h_3 = 0,04$ мкм при фиксированном значении a_2 , полученном на первом шаге;
- 3) a_4 — аппроксимацией на участке от нуля до $h_4 = 0,1$ мкм при фиксированных значениях a_2 и a_3 , полученных ранее.

Результаты вычислений для различных значений n и σ_y представлены в таблице. Исходное значение предела текучести пленки $\sigma_{y_0} = 228,5$ МПа, было увеличено сначала на 10 %, затем на 30 % и на 50 %. При вычислениях было принято, что глубина измеряется в микронах, а сила, приложенная к индентору, в миллиньютонах.

На рис. 1 приведены графики зависимости коэффициентов приближения a_k ($k = 2, 3, 4$) от показателя упрочнения n для различных значений предела текучести, а на рис. 2 — карты линий уровня коэффициентов a_k , рассматриваемых как функции параметров n и σ_y . Как видно из рис. 2,

различие в ориентации полей изолиний коэффициентов a_k аппроксимации (2) нагрузочных кривых в плоскости параметров n , σ_y дает возможность приближенно оценивать предел текучести и показатель степенного упрочнения материала пленки, исходя из аппроксимации экспериментальных кривых, получаемых при индентировании пленок из материалов, упрочнение которых достаточно хорошо описывается степенным законом (1).

На рис. 3 изображены линии уровня функций $a_k(n, \sigma_y)$ для коэффициентов a_2 , a_3 , a_4 . Все линии пересекаются в одной точке, которая соответствует указанным значениям n и σ_y (высокая степень совпадения объясняется тем, что данные значения n и σ_y входят в использованную расчетную сетку). В случае определения указанных пластических параметров по данным, получаемым при индентировании пленок, линии уровня $a_k(n, \sigma_y)$ для значений коэффициентов степенной аппроксимации экспериментальной кривой, очевидно, не будут пересекаться в одной точке. Это связано с погрешностями экспериментальной зависимости $P(h)$ и численного моделирования, дискретностью расчетных значений $a_k(n, \sigma_y)$, а также с возможным несоответствием поведения реального материала выбранной модели деформирования.

Таким образом, полученные результаты численного моделирования свидетельствуют о том, что при индентировании мягких пленок на твердых подложках коническими или призматическими инденторами на глубину, превышающую критическую, возможно получение информации о пластических свойствах этих пленок по нагрузочным участкам зависимостей силы от перемещения индентора в отличие от случая, когда осуществляется индентирование однородного материала и нагрузочная кривая является параболой.

An influence of plastic properties of film material on the load section of the force relation to indentor movement is studied for soft film on hard substrate. A technique of investigating load curve behaviour is proposed on the base of its approximation degree spectrum.

1. *Oliver W. C., Pharr G. M.* Measurement of Hardness and Elastic Modulus by Instrumented Indentation: Advances in Understanding and Refinements to Methodology // *J. of Materials Research*. — 2004. — **19**, No. 1. — P. 3—20.
2. *Chen X., Vlassak J. J.* A Numerical Study on the Measurement of Thin Film Mechanical Properties by means of Nanoindentation // *Ibid.* — 2001 — **16**. — P. 1—35.
3. *Dao M., Chollacoop N. et al.* Computational Modeling of the Forward and Reverse Problems in Instrumented Sharp Indentation // *Acta Materialia*. — 2001. — **49** — P. 3899—3918.
4. *Cheng Y. -T., Cheng C. -M.* Scaling Approach to Conical Indentation in Elastic-plastic Solids with Work Hardening // *J. of Applied Physics*. — 1998. — **84**, No. 3. — P. 1284—1291.
5. *Tunvisut K., O'Dowd N. P., Busso E. P.* Use of Scaling Functions to Determine Mechanical Properties of Thin Coatings from Microindentation Tests // *International Journal of Solids and Structures*. — 2001. — **38**. — P. 335—351.

6. *Ma D., Xu K., He J.* Numerical Simulation for Determining the Mechanical Properties of Thin Metal Films Using Depth-sensing Indentation Technique // *Thin Solid Films*. — 1998. — **323**. — P. 183—187.
7. *Sun Y., Bell T., Zheng S.* Finite element analysis of the critical ratio of coating thickness to indentation depth for coating property measurements by nanoindentation // *Ibid.* — 1995. — **258**. — P. 198—204.
8. *Xu Z. -H., Rowcliffe D.* Finite Element Analysis of Substrate Effects on Indentation Behaviour of Thin Films // *Ibid.* — 2004. — **447—448**. — P. 399—405.
9. *Nayebi A., El Abdi R., Bartier O., Mauvoisin G.* New Procedure to Determine Steel Mechanical Parameters from Spherical Indentation Technique // *Mechanics of Materials*. — 2002. — **34**. — P. 243—254.
10. *Chollacoop N., Dao M., Suresh S.* Depth-sensing instrumented indentation with dual sharp indenters // *Acta Materialia* — 2003. — **51**. — P. 3713—3729.
11. *Bolshakov A., Pharr G. M.* Influences of Pileup on the Measurement of Mechanical Properties by Load and Depth Sensing Indentation Techniques // *J. of Materials Research*. — 1998. — **13**, No. 4. — P. 1049—1058.
12. *Giannakopoulos A.E., Larsson P.-L.* Analysis of Pyramid Indentation of Pressure-sensitive Hard Metals and Ceramics // *Mechanics of Materials*. — 1997. — **25**. — P. 1—35.

Поступила 15.12.05

ВАЛЕЕВА Ирина Кимовна, канд. физ.-мат. наук, докторант Ин-та проблем моделирования в энергетике им. Г.Е. Пухова НАН Украины. В 1983 г. окончила Киевский госуниверситет. Область научных исследований — моделирование процессов упругопластического деформирования.

ГОРОШКО Иван Олегович, канд. физ.-мат. наук, ст. науч. сотр. Ин-та проблем моделирования в энергетике им. Г.Е. Пухова НАН Украины. В 1983 г. окончил Киевский госуниверситет. Область научных исследований — математическое моделирование процессов в динамических системах.