

Научная статья

Инденитрование слоя на упругой подложке: влияние толщины и модуля упругости покрытия

*И.А. Морозов, А.Ю. Беляев, Р.И. Изюмов**Институт механики сплошных сред УрО РАН, Пермь, Российская Федерация*

Инденитрование заключается во вдавливании зондового датчика в поверхность материала. Силовой отклик материала в зависимости от перемещения индентора (глубины вдавливания) позволяет судить о механических свойствах поверхности. В случае инденитрования неоднородных (слоистых) материалов возникают вопросы о площади контакта, необходимой для вычисления механических свойств, а также о самой пригодности моделей контактного взаимодействия, которые разрабатывались для однородных линейно-упругих материалов. При малых деформациях и/или исследовании тонких пленок начинает играть роль форма индентора в окрестности его вершины (реальная геометрия острия). В работе при помощи метода конечных элементов проанализировано вдавливание в систему «слой на нелинейно-упругой подложке» индентора в форме усеченного конуса и параболоида вращения. Варьировались размер радиуса острия индентора, модуль упругости слоя и его толщина. Получены зависимости, связывающие силовой отклик на глубину внедрения, размеры площади контакта и глубину отпечатка. Показано, что при инденитровании слоя на подложке контактная глубина существенно отличается от глубины в однородном материале и является функцией глубины вдавливания, параметров как индентора, так и поверхности системы. Построены аппроксимации расчетных кривых контактной глубины для усеченного конического индентора в виде аналитических выражений. Изучена применимость к слою на нелинейно-упругой подложке формулы Снеддона, описывающей контактные взаимодействия с однородным линейно-упругим материалом. Установлены ограничения на ее использование, которые обуславливаются параметрами как индентора, так и материала. Показано, что если глубина вдавливания составляет порядка радиуса острия, то для вычисления модуля упругости слоя могут быть пригодны простые выражения, подобные тем, что применяются для описания инденитрования цилиндром или параболоидом без учета реальной площади контакта. Даются рекомендации по практическому приложению полученных результатов, в частности, при обработке данных атомно-силовой микроскопии.

Ключевые слова: инденитрование, однородный и слоистый материал, слой на нелинейно-упругой подложке, форма индентора, площадь контакта, вычислительный и натурный эксперименты

Получение: 30.07.2024 / **Публикация онлайн:** 10.04.2025

УДК 519.673, 620.17

1. Введение

Поверхность многих материалов имеет покрытие искусственного (в результате механической, физико-химической либо плазменной обработки) либо естественного (от воздействия окружающей среды, из-за наличия низкомолекулярных фракций на поверхности полимеров, биопленки) происхождения.

Механические свойства поверхностей изучаются путем инденитрования — вдавливания зондового датчика в поверхность и измерения ее силового отклика [1]. При работе с твердыми поверхностями (металлы, горные породы, керамика) применяются твердомеры, в которых индентор представляет собой стержень с алмазным острием, обычно, в форме пирамиды. При исследовании относительно мягких материалов [2, 3] (полимеров, биоматериалов), при изучении поверхностных слоев толщиной до нескольких десятков нанометров используется атомно-силовая микроскопия. Зонд атомно-силового микроскопа состоит из упругой балки, на конце которой расположено острие. Диапазон измеряемых механических свойств поверхности в этом случае ограничен изгибной жесткостью балки и материалом острия (обычно это кремний).

К настоящему времени известно большое количество публикаций, посвященных моделированию внедрения индентора. В подавляющем числе работ основой являются выражения, полученные Герцем [4] для сферического (параболического) наконечника или Снеддоном [5] для тела вращения произвольной формы. Отметим работы по инденитрованию гиперупругих [6–8], упругопластических [9, 10], вязкоупругих [11–14] однородных материалов, покрытий [15–20], а также по их разрушению под нагрузкой [21–23].

Площадь контакта острия с поверхностью — главный параметр при определении всех физико-механических свойств. Для инденторов стандартной формы (цилиндра, конуса, пирамиды, сферы, параболоида) и инденитрования упругого однородного материала связь между глубиной вдавливания и площадью контакта известна [24]. Но при этом имеется ряд ограничений: так, глубина вдавливания сферического индентора должна быть не более половины радиуса сферы; при инденитровании конусом или пирамидой, наоборот, рассматривается участок внедрения острия, отстоящий от вершины на значительном расстоянии. Инденторы стандартной формы широко применяются в задачах микроинденитрования, когда, например, размеры сферы составляют сотни нанометров, а пирамиды — десятки микрон. В ряде работ, посвященных инденитрованию однородного материала на малую глубину, форма острия конического наконечника представляется плоской площадкой [25, 26] либо полусферой [27, 28]. Однако в подавляющем числе публикаций, даже если речь идет о нелинейно-упругом материале [8], авторы остаются в рамках разработанной теории [6, 24] и используют известные соотношения Снеддона (Герца) между площадью контакта и глубиной вдавливания, силовым откликом и глубиной вдавливания. В задачах атомно-силовой микроскопии часто прибегают к зондам с радиусом скругления острия порядка 10 нм. С одной стороны, на расстоянии 2...3 радиусов от вершины геометрия таких зондов уже плохо аппроксимируется параболоидом [29], с другой стороны, такая

глубина вдавливания, как 20...30 нм, недостаточна для конической аппроксимации. Поверхностный слой на деформируемой подложке усугубляет проблему определения размера контактной площади. В последнем случае возникает еще и вопрос о пригодности соотношений Снеддона (Герца) для описания контактных взаимодействий.

Целью настоящей работы является получение зависимостей контактной площади от глубины вдавливания при индентировании системы «слой на упругой подложке», а также оценка границ применимости стандартных линейно-упругих моделей контактного взаимодействия при глубине вдавливания, во много раз превышающей характерные размеры острия. Для этого методом конечных элементов исследуется вдавливание острия индентора в форме параболоида вращения либо усеченного конуса в поверхность нелинейно-упругого (гиперупругого) материала, образуемого подложкой с жестким либо мягким по отношению к ней слоем.

2. Постановка и решение задачи

Концептуально обсуждаемая задача представляет собой неподвижную бесконечную деформируемую полуплоскость, в которую внедряется абсолютно жесткий индентор. Индентору задаются перемещения в вертикальном направлении, которые по мере внедрения зонда в материал порождают в последнем силу реакции. Результатом решения задачи является кривая «сила–углубление», построенная по результатам измерений. На границе контакта зонда с поверхностью имеется слой заданной толщины из материала с модулем упругости, отличным от модуля упругости материала подложки.

С помощью метода конечных элементов в программном комплексе ANSYS в квазистатической постановке решается осесимметричная задача определения напряженно-деформируемого состояния при внедрении жесткого индентора в нелинейно-упругий материал. Используется вариационное уравнение Лагранжа, в котором варьируемыми величинами служат перемещения. Для описания упругих свойств материала, как подложки, так и слоя применяется модель неогукковского твердого тела. Материалы слоя и подложки полагаются несжимаемыми. Полубесконечная плоскость заменяется конечной областью с линейными размерами, значительно превышающими размер зонда и радиус области контакта (в каждом направлении область имеет длину 2000 нм при радиусе R из диапазона 10...40 нм). Такой размер выбран из соображений исключения влияния краевых эффектов на напряженно-деформированное состояние в зоне контакта. Сетку, дискретизирующую расчетную область, образуют конечные элементы треугольной формы с дополнительным узлом на грани и квадратичной аппроксимацией функции перемещений. Сетка сгущается к области контакта с зондом.

Нелинейная задача решается методом последовательного нагружения (на основе линеаризованных уравнений Лагранжа) с малым шагом увеличения глубины вдавливания. Шаг по перемещению выбран так, чтобы получать решение для каждого внедрения индентора на глубину 0.5 нм. Это позволяет подробно исследовать кривую «сила деформирования–углубление» при малых глубинах и для малых (до 10 нм) толщин слоя и/или радиусов острия. Решение, рассчитанное внутри шага нагружения, уточняется методом Ньютона, а за исходное состояние на каждом шаге принимается состояние, установленное на предыдущем шаге.

Для более точного определения на каждом шаге нагружения размера области контакта материала с зондом используется следующий алгоритм: для полученного решения находится значение площади контакта S_1 ; далее размер элемента уменьшается и вычисляется значение площади контакта для текущей сетки S_2 ; производится сравнение полученного и предыдущего значений. Процедура осуществляется до тех пор, пока значение $\Delta = \left| \frac{S_1 - S_2}{S_1} \right| \cdot 100\%$ не стабилизируется в пределах 5%.

При реализации индентирования применяется атомно-силовой микроскоп, относящийся к классу сканирующих зондовых микроскопов. Принцип его работы основан на регистрации взаимодействия острия зонда с поверхностью материала. Регистрация заключается в измерении возникающего в материале силового отклика на вдавливание.

Форма острия типичного зонда атомно-силового микроскопа, полученная сканированием калибровочного образца, представлена на рисунке 1. Вблизи вершины острие с достаточной точностью аппроксимируется параболоидом, однако на расстоянии, большем диаметра вписанной в острие сферы, средний профиль зонда

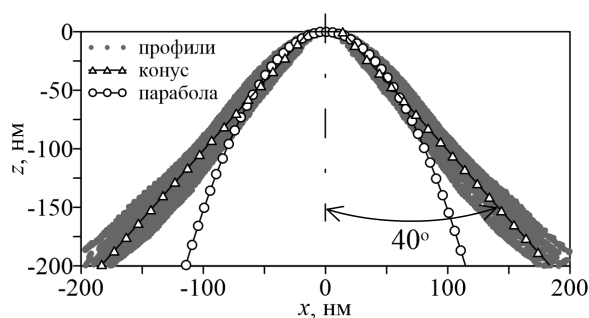


Рис. 1. Геометрия типичного зонда атомно-силового микроскопа в окрестности кончика острия: профили, полученные вращением вокруг вертикальной оси; аппроксимация острия усеченным конусом и параболой (радиус кривизны в вершине параболы 20 нм)

и параболы существенно разнятся. Наиболее точно форма зонда как в окрестности вершины, так и на удалении от нее описывается гиперболоидом вращения [29, 30]. Однако, когда острие скруглено, форма зонда является нестабильной. Кончик острия быстро тупится еще в процессе калибровки, образуется плоская площадка в виде круга радиусом 10...30 нм. Таким образом, наиболее реалистичная форма зонда — это усеченный конус [26].

В настоящей работе рассматриваются инденторы в форме усеченного конуса (Рис. 2а) и параболоида вращения (Рис. 2б). Угол полураскрытия конуса составляет 40° , что соответствует осредненному значению типичных зондов; радиус R плоской площадки при острие варьировался и принимал значения: 5, 10, 20 нм. Радиус R кривизны в вершине параболоида также имеет размер 5, 10, 20 нм.

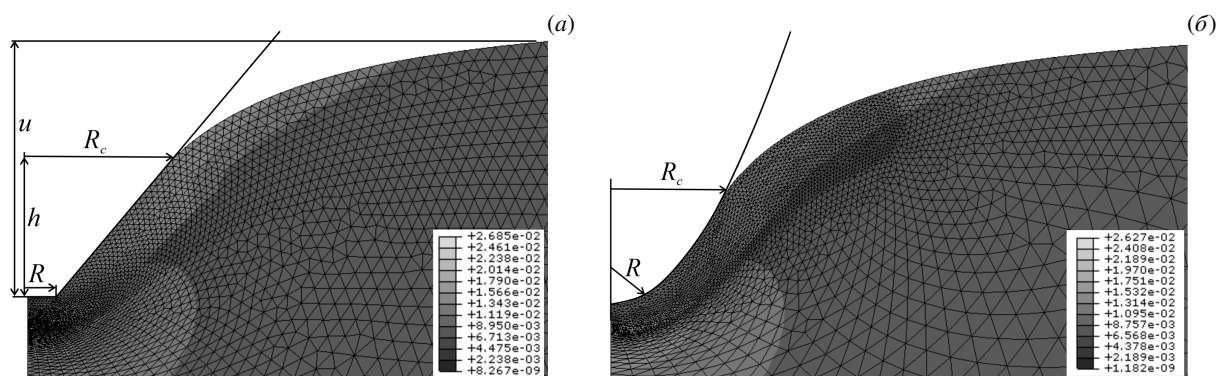


Рис. 2. Иллюстрация к решению МКЭ-задачи: напряжения по Мизесу при индентировании слоя толщиной 10 нм усеченным коническим (а) и параболическим (б) инденторами; $R = 10$ нм, $u = 50$ нм, $k_E = 5$

В задаче с усеченным конусом угол, образуемый плоской площадкой и боковой поверхностью, скругляется для устранения сингулярности и, как следствие, исключения концентрации напряжений в угловых точках. В решаемой задаче острых углов в вершине зонда не наблюдается (см. Рис. 1).

Расчеты проводятся для разных модулей упругости слоя $E_t = k_E E_s$, где $E_s = 6$ МПа — модуль упругости подложки, при $k_E = \{0.5, 5, 10, 100\}$ и толщине слоя $t = \{5, 10, 15, 25, 50\}$ нм.

3. Обсуждение результатов

3.1. Глубина контакта

При индентировании телом вращения поверхности однородного линейно-упругого материала расстояние от вершины зонда до границы контакта, отнесенное к полной глубине вдавливания, можно получить аналитически [5, 24] из решения задачи Буссинеска для некоторых вариантов геометрии индентора (без учета трения). В частности, для конуса $h/u = 2/\pi \approx 0.64$, цилиндра $h/u = 0$, параболоида $h/u = 0.5$ (h и u показаны на Рис. 2а).

Результаты вычислений позволили выявить, что наличие даже малой площадки в вершине конического индентора существенно влияет на глубину (и площадь) контакта по сравнению с идеальным конусом: при индентировании однородного материала усеченным конусом на малую глубину ($h \approx 0$) контактная площадь совпадает с размером площадки острия, то есть ситуация соответствует воздействию индентором цилиндрической формы. Далее относительная глубина контакта асимптотически возрастает до значения, отвечающего коническому индентору: $2/\pi \approx 0.64$ (Рис. 3а).

При наличии на деформируемой подложке более жесткого либо более мягкого, чем она, слоя существенно изменяется глубина контакта (Рис. 3б). Так, если покрытие более жесткое, чем подложка, то увеличение модуля упругости и/или толщины слоя снижает площадь контакта (кривые h/u становятся более пологими); увеличение радиуса площадки (графики не приводятся) наоборот, ускоряет выход h/u на асимптоту. Если же покрытие мягче подложки, то кривые h/u лежат выше кривых, отвечающих процессу индентирования подложки без покрытия, и при этом чем толще мягкий слой, тем выше располагается асимптота (см. диапазон 0.65...0.7 на Рис. 3а).

В целом, используя результаты проведенного конечно-элементного моделирования, глубину контакта при индентировании усеченным конусом с углом полураскрытия 40° можно аппроксимировать функцией:

$$f(x) = 2(1 - e^{-cx})/\pi,$$

где $x = u/R$, $c = C_0 c_R c_t c_E + d_c$, $d_c = 0.0062R + 0.5875$, $c_R = 0.0078R - 0.6083$, $c_t = -0.3761t^{0.1627}e^{-0.0048t}$,

$c_E = d_c \left(\left(\frac{0.8168}{k_E - 0.1832} \right)^{0.7814} - 1 \right)$, $C_0 = \frac{c_R(10) + c_t(10) + c_E(10)}{3c_R(10)c_t(10)c_E(10)}$. Радиус площадки контакта:

$R_c = \frac{uf}{\tan \alpha} + R$, площадь контакта: $A = \pi R_c^2$. Средняя относительная погрешность аппроксимации

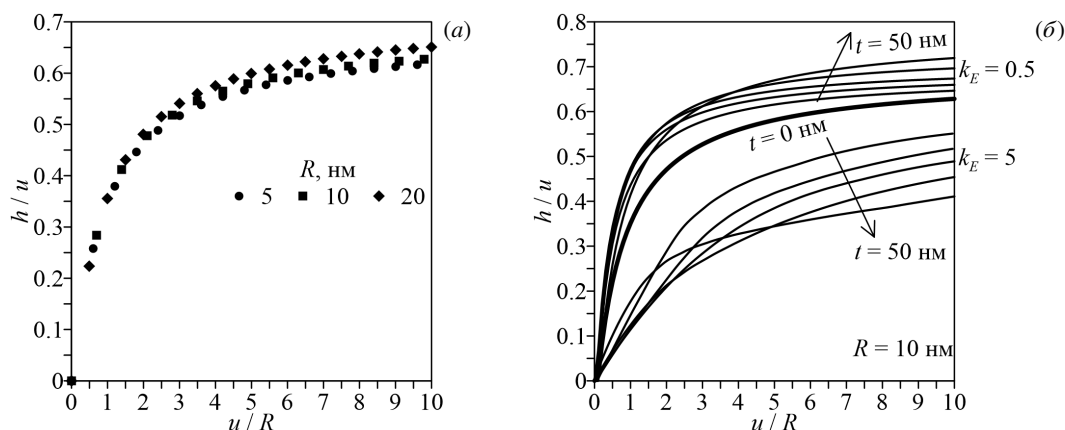


Рис. 3. Относительная глубина контакта в зависимости от безразмерной глубины вдавливания усеченного конуса в однородный материал (а) и в слой на подложке (б) при разных значениях параметров: радиуса R площадки при острей индентора, толщины t слоя и отношения k_E модулей упругости слоя и подложки

составила: $\Delta = \frac{100}{n-1} \sum_{i=2}^n \left| \frac{y_i - y_i^*}{y_i} \right| \sim 15\%$, где y_i — экспериментальные данные (в данном случае результат МКЭ-моделирования, h/u), y_i^* — аппроксимирующие значения.

При аппроксимации формы зонда параболоидом относительная глубина контакта соответствует теоретическому значению $h/u = 0.5$ в случае МКЭ-индентирования поверхности без покрытия. При наличии покрытия графики существенно другие: если толщина слоя не превышает 15 нм и $k_E = 5 \dots 10$, то есть жесткость поверхности системы в целом относительно невысокая, то кривые h/u имеют локальный минимум, а затем асимптотически возрастают (Рис. 4а). Если же $t \geq 25$ нм, то зависимости h/u асимптотически убывают (Рис. 4б). При слое мягче подложки функции h/u возрастают от 0.5 до 0.6. Как и в случае индентирования усеченным конусом, чем толще и/или жестче покрытие, тем меньше площадь контакта. Если и покрытие, и подложка жесткие, графики h/u можно считать близкими к графикам при воздействии цилиндрическим индентором. Увеличение радиуса кривизны в вершине параболоида (в статье не показано) ведет к уменьшению контактной площади при индентировании систем с жесткими слоями на поверхности; при более мягких слоях влияние радиуса острия незначительно.

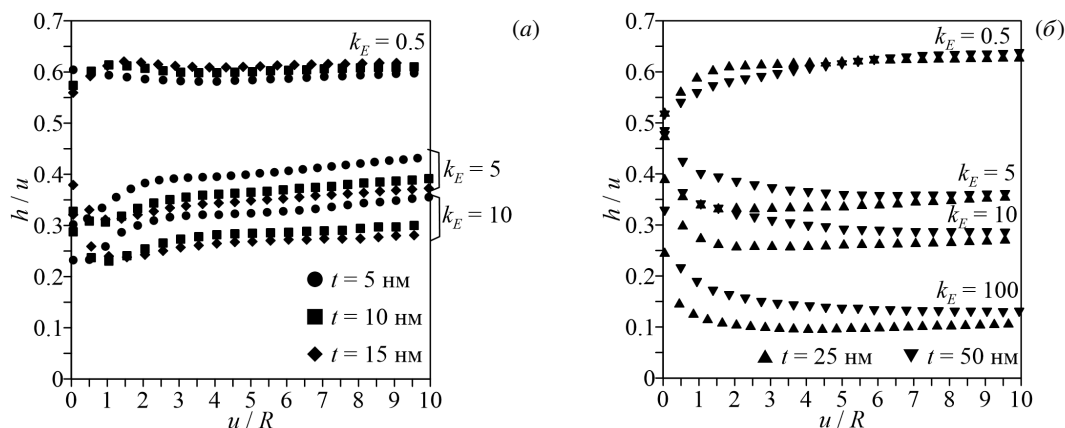


Рис. 4. Относительная глубина контакта в зависимости от относительной глубины вдавливания параболоида ($R = 10$ нм) в подложку с тонким (а) и толстым (б) слоем; t — толщина слоя, k_E — отношение модулей упругости материалов слоя и подложки (расчет МКЭ)

Аппроксимация установленных численно зависимостей, отвечающих индентированию параболоидом, не проводилась, во-первых, в силу их немонотонности по отношению к свойствам слоя, во-вторых, по причине того, что форма реального индентора далека от параболоида.

3.2. Применимость моделей контактного взаимодействия

В 1965 году Снеддоном на основе решения задачи Буссинеска [5, 31] получена связь между жесткостью $S = dF/du$ (F — усилие внедрения) поверхности линейно-упругого однородного материала и площадью A

контакта при индентировании абсолютно жестким телом вращения:

$$S = \frac{2E}{1-\nu^2} \sqrt{\frac{A}{\pi}}, \quad (1)$$

где E, ν — модуль упругости и коэффициент Пуассона поверхности. Частные случаи этого выражения для различных форм индентора лежат в основе широко применяемых моделей контактного взаимодействия (моделей Герца, Дерягина–Мюллера–Топорова, Джонсона–Кендалла–Робертса).

Оценим границы применимости формулы Снеддона для системы из гиперупругого материала с покрытием. Подберем E из условия наилучшего совпадения левой и правой частей формулы Снеддона; площадь контакта $A(u)$ и силовой отклик $F(u)$ возьмем из результатов МКЭ-моделирования. Характерные кривые жесткости и их аппроксимации формулой Снеддона представлены на рисунке 5. В начале индентирования, при малой глубине вдавливания параболоида, жесткий отклик подложки в системе резко возрастает (Рис. 5а), при погружении же усеченного конуса, наоборот, отклик слабо увеличивается (Рис. 5б). Чем толще и жестче слой, тем более выражена на графиках эта начальная переходная область.

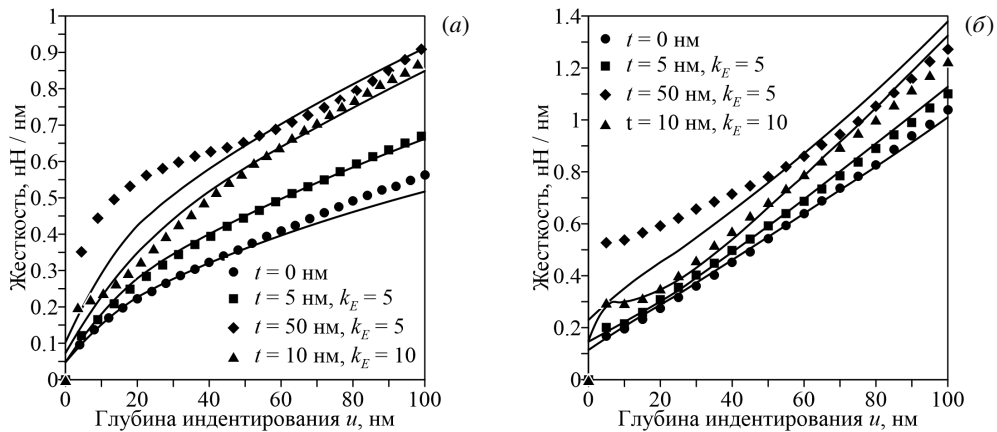


Рис. 5. Характерные зависимости жесткости от глубины вдавливания: МКЭ-расчет (маркеры) и аппроксимация формулой Снеддона (сплошные линии) при индентировании параболоидом (а) и усеченным конусом (б) только гиперупругой подложки (толщина покрытия $t = 0$) и с жестким слоем разной толщины при $R = 10$ нм

Погрешность аппроксимации составляет ($k_E = 10$): для параболоида $\Delta = 5.5\%$ при $t = 10$ нм и $\Delta = 11\%$ при $t = 50$ нм; для усеченного конуса $\Delta = 13\%$ при $t = 50$ нм. В остальных случаях $\Delta < 3\%$. В целом аппроксимацию можно считать удовлетворительной уже при $\Delta < 5\%$. Значительные расхождения возникают на начальном этапе индентирования. Уменьшение радиуса индентора ведет к увеличению погрешности: так, чем толще и жестче слой, тем выше погрешность. Для слоя толщиной $t \geq 50$ нм при всех параметрах получается погрешность, превышающая 5%. Для системы без слоя модуль упругости, вычисленный по формуле Снеддона (1), во всех случаях достаточно хорошо совпадает с заданным в МКЭ-модели (6 МПа), а погрешность $\Delta < 3\%$ для конуса и $\Delta < 5\%$ для параболоида. Если поверхностный слой мягче подложки, то формула Снеддона дает хорошую аппроксимацию для всех толщин и форм инденторов.

При усеченном конусе формула Снеддона приводит к удовлетворительной аппроксимации в широком диапазоне параметров: $t \leq 25$ нм, $k_E \leq 10$ и всех рассмотренных R (Рис. 6а). Если же индентор параболической формы, формула дает удовлетворительную аппроксимацию для $R = 20$ нм и жестких слоев при $k_E \leq 10$ и

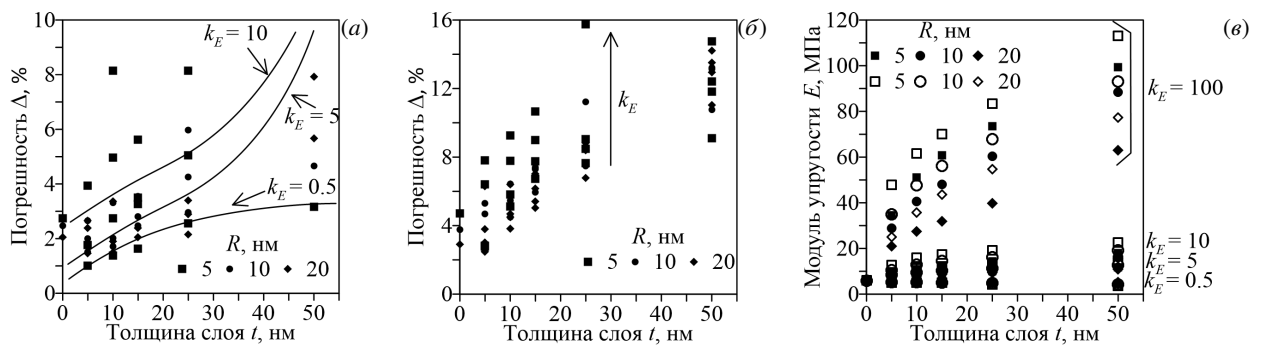


Рис. 6. Относительная погрешность аппроксимации формулой Снеддона при индентировании усеченным конусом (а), параболоидом (б); модуль упругости поверхности системы (темные маркеры при индентировании усеченным конусом, светлые – параболоидом) (в); k_E – отношение модулей слоя и подложки, R – радиус острия

$t \leq 10$ нм; для $R \leq 10$ нм жесткость слоя ограничена отношением модулей упругости материалов слоя и подложки ($k_E \leq 5$) (Рис. 6б). Вычисленные из условия наилучшего совпадения левой и правой частей формулы Снеддона (1) модули упругости представлены на рисунке 6в: результаты существенно зависят от размеров радиуса острия индентора только при жестких слоях (любой толщины), когда погрешности аппроксимации наибольшие. В остальных случаях R не оказывает влияния на измерения. Особо отметим связь величины измеряемого модуля поверхности системы с мягкой подложкой: даже в присутствии слоя толщиной в 50 нм и его модуле упругости 60 МПа модуль упругости поверхности составляет 15 МПа.

В общем случае измеряемый модуль упругости системы слой–подложка зависит от глубины вдавливания. Если представить слой и подложку как две последовательно соединенные пружины, то модуль упругости такой системы (при условии индентирования цилиндрическим наконечником) можно записать [32] как $\frac{1}{E} = \frac{1-\nu_t^2}{E_t} \left(1 - e^{-\alpha t/\sqrt{A}}\right) + \frac{1-\nu_s^2}{E_s} e^{-\alpha t/\sqrt{A}}$, где α — определяемый путем подбора коэффициент, t — толщина слоя, ν_t , E_t и ν_s , E_s — коэффициенты Пуассона и модули упругости слоя и подложки соответственно. Кроме этого, некоторые формы инденторов (например, конус или пирамида) при коэффициенте Пуассона материала, не равном 0.5, требуют коррекции формулы Снеддона (1) при помощи коэффициента: $\gamma = 1 \dots 1.25$ [33]. Можно предположить, что аналогичная поправка потребуется и для усеченного конуса. В результате формула Снеддона принимает вид:

$$S = \gamma \frac{2E(t, u, E_t, E_s)}{1 - \nu^2} \sqrt{\frac{A}{\pi}}. \quad (2)$$

Предварительные исследования показали, модуль упругости, представляемый в виде функции, позволяет снизить погрешность аппроксимации острия индентора усеченным конусом в 2. . . 3 раза; однако при инденторе параболюиде погрешность снижается незначительно (на 1. . . 2%). На практике обычно требуется получение характеристики жесткости поверхности слоя на подложке в виде одной константы для дальнейшего сравнения с подобными материалами. Поэтому использование модуля упругости в виде функции в настоящей работе не рассматривается. Отметим лишь, что уменьшение максимальной глубины вдавливания, то есть использование начального участка силовой кривой, снижает погрешность аппроксимации по формуле Снеддона (1).

3.3. Практическое приложение

Контактная глубина при индентировании слоя на подложке зависит от геометрии индентора, толщины и модуля упругости слоя. Нахождение первых двух параметров обычно не вызывает больших затруднений. Геометрия острия определяется экспериментально на основе калибровочных образцов, либо с помощью электронной микроскопии. Толщину слоя можно найти аналитически, зная особенности создания покрытия, а можно прибегнуть к различным экспериментальным методам (эллипсометрии, электронной микроскопии, индентированию). Модуль упругости отдельно слоя либо системы слой–подложка обычно и является искомой величиной. В ряде случаев он оценивается по длине волны, образовавшейся на поверхности складчатой структуры [34] (результат потери устойчивости жесткого покрытия на мягкой подложке) или по данным макроскопических испытаний на растяжение [35]. Однако чаще всего вычисление модуля упругости поверхности как системы в целом так и слоя связано с индентированием. Это в свою очередь требует знания площади контакта, которая в общем случае зависит от жесткости слоя.

Используя упрощенные выражения для силового отклика [5] при индентировании однородного упругого материала цилиндром $F(u) = \frac{2E_A R}{1 - \nu^2} u$ (параболюидом $F(u) = \frac{4E_p \sqrt{R}}{3(1 - \nu^2)} u^{1.5}$) только на начальном участке кривой нагружения — до глубины $u = R$, вычислим соответствующие модули E_c и E_p и сравним их с модулями E , рассчитанными по формуле Снеддона (1) с учетом реальной величины площади контакта (Рис. 6в), полученной из МКЭ-решения задачи. Площади контакта на малой глубине вдавливания в жесткое покрытие усеченного конуса и цилиндра близки по величине, а отношение E/E_c близко к единице (Рис. 7а). Однородный материал или система с более мягким покрытием характеризуются отношением $E/E_p \geq 0.88$, что также можно считать хорошим соответствием аппроксимации на основе формулы Снеддона.

Расчеты по упрощенному выражению для параболюида показали плохое соответствие формуле Снеддона для жестких слоев: $E/E_p > 1.5$ при $k_E = 100$ (Рис. 7б). В остальных случаях совпадение можно считать удовлетворительным. Таким образом, при малой глубине вдавливания на практике для оценки модуля упругости поверхности с покрытием можно использовать упрощенные выражения для цилиндрического или параболического индентора (при индентировании последним имеются ограничения на максимальную жесткость покрытия) без учета реальной площади контакта.

Модуль упругости поверхности с покрытием (слоистого материала), измеренный на начальном участке индентирования, по отношению к модулю упругости подложки без покрытия (однородного материала) представлен на рисунке 8. Если покрытие мягче подложки, то при $t \geq 25$ нм измеренный модуль упругости поверхности системы совпадает с модулем упругости слоя ($E_c/E_{c0} \approx k_E$, Рис. 8а). В случае жестких покрытий полученные значения в 1.5. . . 3 раза ниже, чем исходная относительная жесткость k_E подложек (Рис. 8б–г).

Представленные на рисунке 8 графики можно использовать для вычисления истинного модуля упругости покрытия и далее переходить к уточненной глубине контакта (см. Рис. 3 и соответствующие аппроксимации).

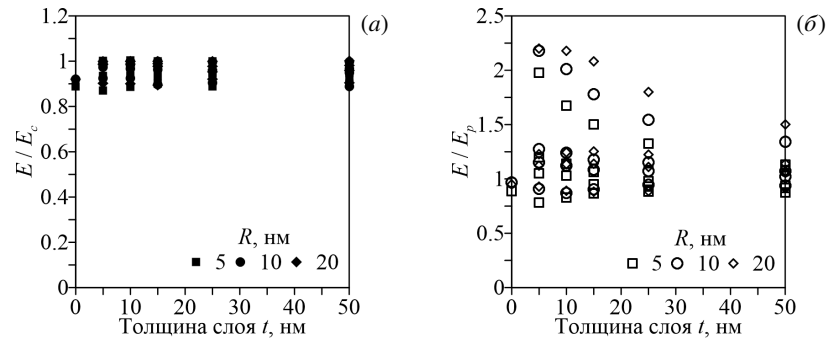


Рис. 7. Отношение модуля упругости E , вычисленного по начальному участку кривой нагружения с использованием формулы Снеддона (1) и реальной площади контакта из решения задачи МКЭ, к модулям E_c и E_s , рассчитанным по упрощенным выражениям для цилиндрического (а) и параболического (б) инденторов

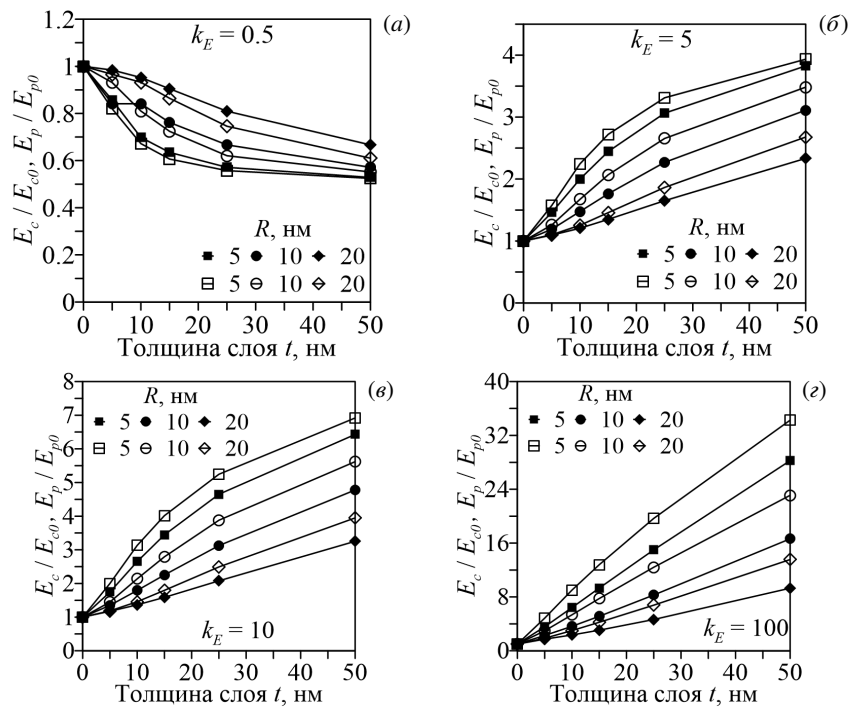


Рис. 8. Модули упругости поверхностей с покрытием (E_c , E_p), измеренные на начальном участке индентирования, по отношению к модулям упругости (E_{c0} , E_{p0}) подложки без покрытия; индентирование усеченным конусом, E_c и E_{c0} (темные маркеры) и параболидом, E_p и E_{p0} (светлые маркеры) при различном отношении модулей слоя и подложки: 0.5 (а), 5 (б), 10 (в) и 100 (г)

Полученные таким образом полные кривые h/u могут быть полезны при обработке кривых силовых откликов на значительной, по отношению к радиусу острия индентора, глубине вдавливания. В частности, исследование прочностных свойств покрытий на упругой подложке методом индентирования может включать в себя анализ геометрии отпечатка острия на покрытии и оценку так называемого «эффективного напряжения» — отношения усилия к проекции площади контакта: $\sigma = F/A$, то есть меры давления острия на покрытие [23].

4. Заключение

В работе методом конечных элементов исследовались особенности вдавливания индентора в форме усеченного конуса либо парабоида вращения в поверхность нелинейно-упругого материала (системы, состоящей из слоя на подложке). Варьировались форма и размеры острия индентора, толщина и модуль упругости покрытия. Анализировался силовой отклик материала и площадь контакта в зависимости от глубины вдавливания.

Обнаружено, что в целом при индентировании слоя на подложке площадь контакта существенно зависит от геометрии индентора и характеристик покрытия. Для усеченного конуса получены аналитические аппроксимации зависимости глубины контакта от глубины вдавливания, согласно которым площадь контакта на малой глубине вдавливания соответствует цилиндрическому индентору, который с увеличением глубины вдавливания асимптотически переходит в конус. При индентировании параболидом вращения выявлена немонотонная по отношению к параметрам системы зависимость контактной глубины от глубины вдавливания.

Показаны ограничения на использование формулы Снеддона, полученной для линейно-упругих однородных материалов, при аппроксимации данных МКЭ-решения для слоя на подложке; точность может быть увеличена путем введения функциональной зависимости модуля упругости от параметров слоя. В ряде случаев модуль упругости поверхности может быть с достаточной точностью установлен по начальному участку кривой «сила внедрения–углубление» с помощью упрощенных выражений (без учета реальной площади контакта) индентировании цилиндром или параболоидом. Такой подход позволяет определить модуль упругости самого слоя, если известны форма острия индентора и толщина слоя, а также функция глубины контакта. Представленные результаты могут быть полезны при обработке экспериментальных данных атомно-силовой микроскопии.

Исследование выполнено при финансовой поддержке Российского научного фонда (проект № 23-22-00064).

Литература

1. Головин Ю.И. Наноиндентирование и механические свойства материалов в субмикро- и наномасштабе. Недавние результаты и достижения // Физика твердого тела. 2021. Т. 63, № 1. С. 3–42. DOI: 10.21883/FTT.2021.01.50395.171
2. Морозов И.А., Ужегова Н.И. Определение механических свойств материалов на основе моделей взаимодействия зонда атомно-силового микроскопа с поверхностью образцов // Вычислительная механика сплошных сред. 2014. Т. 7, № 4. С. 385–397. DOI: 10.7242/1999-6691/2014.7.4.37
3. Ужегова Н.И., Свистков А.Л. Многоуровневый анализ рельефа поверхности образца, полученного методами атомно-силового микроскопии // Вычислительная механика сплошных сред. 2016. Т. 9, № 3. С. 366–374. DOI: 10.7242/1999-6691/2016.9.3.30
4. Hertz H. Ueber die Berührung fester elastischer Körper. // Journal Für die Reine und Angewandte Mathematik. 1882. Vol. 92. P. 156–171. DOI: 10.1515/crll.1882.92.156
5. Sneddon I.N. The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile // International Journal of Engineering Science. 1965. Vol. 3. P. 47–57. DOI: 10.1016/0020-7225(65)90019-4
6. Giannakopoulos A.E., Triantafyllou A. Spherical indentation of incompressible rubber-like materials // Journal of the Mechanics and Physics of Solids. 2007. Vol. 55. P. 1196–1211. DOI: 10.1016/j.jmps.2006.11.010
7. Zhang M.-G., Cao Y.-P., Li G.-Y., Feng X.-Q. Spherical indentation method for determining the constitutive parameters of hyperelastic soft materials // Biomechanics and Modeling in Mechanobiology. 2014. Vol. 13. P. 1–11. DOI: 10.1007/s10237-013-0481-4
8. Zhang Q., Li X., Yang Q. Extracting the isotropic uniaxial stress-strain relationship of hyperelastic soft materials based on new nonlinear indentation strain and stress measure // AIP Advances. 2018. Vol. 8, no. 11. 115013. DOI: 10.1063/1.5063384
9. Kramer D., Huang H., Kriesche M., Robach J., Nelson J., Wright A., Bahr D., Gerberich W.W. Yield strength predictions from the plastic zone around nanocontacts // Acta Materialia. 1998. Vol. 47. P. 333–343. DOI: 10.1016/S1359-6454(98)00301-2
10. Mesarovic S.D., Fleck N.A. Spherical indentation of elastic–plastic solids // Proceedings of the Royal Society of London. Series A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences. 1999. Vol. 455. P. 2707–2728. DOI: 10.1098/rspa.1999.0423
11. Абетковская С.О., Чижик С.А., Рудницкий В.А., Крень А.П. Оценка свойств вязкоупругих материалов наноиндентированием // Трение и износ. 2010. Т. 31, № 3. С. 249–253.
12. Moreno-Flores S., Benítez R., Vivanco M.d., Toca-Herrera J.L. Stress relaxation microscopy: Imaging local stress in cells // Journal of Biomechanics. 2010. Vol. 43. P. 349–354. DOI: 10.1016/j.jbiomech.2009.07.037
13. Chyavanichyus M., Young S.L., Tsukruk V.V. Probing of Polymer Surfaces in the Viscoelastic Regime // Langmuir. 2014. Vol. 30. P. 10566–10582. DOI: 10.1021/la404925h
14. Jafarbeglou F., Nazari M.A., Keikha F., Amanpour S., Azadi M. Visco-hyperelastic characterization of the mechanical properties of human fallopian tube tissue using atomic force microscopy // Materialia. 2021. Vol. 16. 101074. DOI: 10.1016/j.mtla.2021.101074
15. Chen X., Vlassak J.J. Numerical study on the measurement of thin film mechanical properties by means of nanoindentation // Journal of Materials Research. 2001. Vol. 16. P. 2974–2982. DOI: 10.1557/JMR.2001.0408
16. Bec S., Tonck A., Loubet J.L. A simple guide to determine elastic properties of films on substrate from nanoindentation experiments // Philosophical Magazine. 2006. Vol. 86. P. 5347–5358. DOI: 10.1080/14786430600660856
17. Огар П.М., Горохов Д.Б., Кожевников А.С. Эффективный модуль упругости слоистого тела // Современные технологии. Системный анализ. Моделирование. 2016. № 4. С. 37–42.
18. Волков С.С. Аналитическое решение контактной задачи о внедрении сферического индентора в мягкий упругий слой // Вестник Донского государственного технического университета. 2012. Т. 12, № 7. С. 5–10.
19. Усеинов А.С., Радзинский С.А., Кравчук К.С., Золкина И.Ю., Андреева Т.И., Симонов-Емельянов И.Д. Физико-механические свойства силиконового покрытия на полимерных подложках // Пластические массы. 2012. № 4. С. 14–24.
20. Hasan M.M., Johnson C.L., Dunn A.C. Soft Contact Mechanics with Gradient-Stiffness Surfaces // Langmuir. 2022. Vol. 38. P. 9454–9465. DOI: 10.1021/acs.langmuir.2c00296

21. Bahr D.F., Woodcock C.L., Pang M., Weaver K.D., Moody N.R. Indentation induced film fracture in hard film – soft substrate systems // *International Journal of Fracture*. 2003. Vol. 119/120. P. 339–349. DOI: 10.1023/A:1024979030155
22. Zha X., Jiang F., Xu X. Investigation of modelling and stress distribution of a coating/substrate system after an indentation test // *International Journal of Mechanical Sciences*. 2017. Vol. 134. P. 1–14. DOI: 10.1016/j.ijmecsci.2017.10.002
23. Morozov I.A., Beliaev A.Y., Kamenetskikh A.S. Strain-Induced Damageability of Elastic-Plastic Carbon Nanocoatings on a Polymer Substrate // *Russian Physics Journal*. 2023. Vol. 66. P. 852–859. DOI: 10.1007/s11182-023-03014-y
24. Oliver W.C., Pharr G.M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology // *Journal of Materials Research*. 2004. Vol. 19. P. 3–20. DOI: 10.1557/jmr.2004.19.1.3
25. Zhang Y., Wang H., Li X., Tang H., Polycarpou A.A. A finite element correction method for sub-20 nm nanoindentation considering tip bluntness // *International Journal of Solids and Structures*. 2017. Vol. 129. P. 49–60. DOI: 10.1016/j.ijsoistr.2017.09.015
26. Owen D.S. Toward a better modulus at shallow indentations—Enhanced tip and sample characterization for quantitative atomic force microscopy // *Microscopy Research and Technique*. 2023. Vol. 86. P. 84–96. DOI: 10.1002/jemt.24261
27. Yu N., Polycarpou A.A., Conry T.F. Tip-radius effect in finite element modeling of sub-50 nm shallow nanoindentation // *Thin Solid Films*. 2004. Vol. 450. P. 295–303. DOI: 10.1016/j.tsf.2003.10.033
28. Смирнов С.В., Эземплярова Е.О. Влияние радиуса скругления вершины индентора на напряженно-деформированное состояние при внедрении индентора в упругопластический материал // *Физическая мезомеханика*. 2009. Т. 12, № 6. С. 73–78.
29. Morozov I.A., Izyumov R.I. Challenges of reliable AFM-tip shape reconstruction and approximation // *Microscopy Research and Technique*. 2024. Vol. 87. P. 105–113. DOI: 10.1002/jemt.24415
30. Nguyen Q.D., Chung K.-H. Effect of tip shape on nanomechanical properties measurements using AFM // *Ultramicroscopy*. 2019. Vol. 202. P. 1–9. DOI: 10.1016/j.ultramicro.2019.03.012
31. Pharr G.M., Oliver W.C., Brotzen F.R. On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation // *Journal of Materials Research*. 1992. Vol. 7. P. 613–617. DOI: 10.1557/JMR.1992.0613
32. Saha R., Nix W.D. Effects of the substrate on the determination of thin film mechanical properties by nanoindentation // *Acta Materialia*. 2002. Vol. 50. P. 23–38. DOI: 10.1016/S1359-6454(01)00328-7
33. Hay J.C., Bolshakov A., Pharr G.M. A critical examination of the fundamental relations used in the analysis of nanoindentation data // *Journal of Materials Research*. 1999. Vol. 14. P. 2296–2305. DOI: 10.1557/JMR.1999.0306
34. Chung J.Y., Nolte A.J., Stafford C.M. Surface Wrinkling: A Versatile Platform for Measuring Thin-Film Properties // *Advanced Materials*. 2011. Vol. 23. P. 349–368. DOI: 10.1002/adma.201001759
35. Chudinov V.S., Shardakov I.N., Ivanov Y.N., Morozov I.A., Belyaev A.Y. Elastic Modulus of a Carbonized Layer on Polyurethane Treated by Ion-Plasma // *Polymers*. 2023. Vol. 15, no. 6. 1442. DOI: 10.3390/polym15061442

Сведения об авторах:

Морозов Илья Александрович (корр.), кфмн, снс, Институт механики сплошных сред УрО РАН (ИМСС УрО РАН), 614018, г. Пермь, ул. Академика Королёва, д. 1; e-mail: imorozov@icmm.ru; ORCID: 0000-0001-6395-4301

Беляев Антон Юрьевич, б/с, мнс, ИМСС УрО РАН; e-mail: belyaev@icmm.ru; ORCID: 0000-0002-0966-5979

Изымов Роман Игоревич, б/с, мнс, ИМСС УрО РАН; e-mail: izumov@icmm.ru; ORCID: 0000-0002-2083-039X

Research article

Indentation of a layer on an elastic substrate: influence of thickness and elastic modulus of the coating

I.A. Morozov, A.Yu. Beliaev, R.I. Izumov

Institute of Continuous Media Mechanics UB RAS, Perm, Russian Federation

The indentation experiment consists in pressing a probe into the surface of a material. The study of the force response of the material depending on the displacement of the indenter (depth of indentation) allows the evaluation of surface mechanical properties. In the case of indentation of inhomogeneous (coated) hyperelastic materials, questions arise about the contact area required for calculating mechanical properties, as well as about the applicability of contact models developed for homogeneous linear-elastic materials. The shape of the indenter in the vicinity of the tip begins to play a role when indenting to a shallow depth and/or studying thin films (the real geometry of the tip). In this work, the finite-element method was used to analyze the indentation of a layer on a hyperelastic substrate by an indenter in the form of a truncated cone or a paraboloid of revolution. In this work, the finite element method was used to analyze the pressing of an indenter in the form of a truncated cone or a revolution paraboloid into the system of layer on a hyperelastic substrate. The size of the tip radius of the indenter, the elastic modulus of the layer and its thickness were varied. The dependences of the force response on the depth of indentation, the size of the contact area and the depth of penetration were obtained. It is shown that, when indenting the layer on a substrate, the contact depth differs significantly from that of a homogeneous material and is a function

of the depth of indentation and the parameters of both the indenter and the surface of the system. Analytical approximations of the contact depth for the truncated conical indenter were obtained. The applicability of Sneddon's equation (indentation of a homogeneous linear-elastic material) for the layer on a hyperelastic substrate was considered. The limitations on its use imposed indenter and material parameters were determined. It is shown that, if the indentation depth is of the order of the tip radius, simple expressions describing the indentation by a cylinder or a paraboloid without taking into account the real contact area can be used to estimate elastic modulus. Recommendations are given on the practical use of the obtained results, in particular, in the treatment of atomic force microscopy data.

Keywords: indentation, homogeneous and layered material, layer on a nonlinear-elastic substrate, indenter shape, contact area, computational and field experiments

Received: 30.07.2024 / **Published online:** 10.04.2025

References

1. Golovin Y.I. Nanoindentation and Mechanical Properties of Materials at Submicro- and Nanoscale Levels: Recent Results and Achievements. *Physics of the Solid State*. 2021. Vol. 63. P. 1–41. DOI: 10.1134/S1063783421010108
2. Morozov I.A., Uzhegova N.I. Determination of mechanical properties of materials in terms of models of interaction between AFM probe and sample surface. *Computational Continuum Mechanics*. 2014. Vol. 7, no. 4. P. 385–397. DOI: 10.7242/1999-6691/2014.7.4.37
3. Uzhegova N.I., Svistkov A.L. Multilevel analysis of the relief of a surface sample obtained by atomic force microscopy techniques. *Computational Continuum Mechanics*. 2016. Vol. 9, no. 3. P. 366–374. DOI: 10.7242/1999-6691/2016.9.3.30
4. Hertz H. Ueber die Berührung fester elastischer Körper. *Journal Für die Reine und Angewandte Mathematik*. 1882. Vol. 92. P. 156–171. DOI: 10.1515/crll.1882.92.156
5. Sneddon I.N. The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile. *International Journal of Engineering Science*. 1965. Vol. 3. P. 47–57. DOI: 10.1016/0020-7225(65)90019-4
6. Giannakopoulos A.E., Triantafyllou A. Spherical indentation of incompressible rubber-like materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*. 2007. Vol. 55. P. 1196–1211. DOI: 10.1016/j.jmps.2006.11.010
7. Zhang M.-G., Cao Y.-P., Li G.-Y., Feng X.-Q. Spherical indentation method for determining the constitutive parameters of hyperelastic soft materials. *Biomechanics and Modeling in Mechanobiology*. 2014. Vol. 13. P. 1–11. DOI: 10.1007/s10237-013-0481-4
8. Zhang Q., Li X., Yang Q. Extracting the isotropic uniaxial stress-strain relationship of hyperelastic soft materials based on new nonlinear indentation strain and stress measure. *AIP Advances*. 2018. Vol. 8, no. 11. 115013. DOI: 10.1063/1.5063384
9. Kramer D., Huang H., Kriesel M., Robach J., Nelson J., Wright A., Bahr D., Gerberich W.W. Yield strength predictions from the plastic zone around nanocontacts. *Acta Materialia*. 1998. Vol. 47. P. 333–343. DOI: 10.1016/S1359-6454(98)00301-2
10. Mesarovic S.D., Fleck N.A. Spherical indentation of elastic-plastic solids. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*. 1999. Vol. 455. P. 2707–2728. DOI: 10.1098/rspa.1999.0423
11. Abetkovskaia S.O., Chizhik S.A., Rudnitsky V.A., Kren A.P. Evaluation of viscoelastic properties of materials by nanoindentation. *Journal of Friction and Wear*. 2010. Vol. 31. P. 180–183. DOI: 10.3103/S1068366610030049
12. Moreno-Flores S., Benítez R., Vivanco M.d., Toca-Herrera J.L. Stress relaxation microscopy: Imaging local stress in cells. *Journal of Biomechanics*. 2010. Vol. 43. P. 349–354. DOI: 10.1016/j.jbiomech.2009.07.037
13. Chyashavichyus M., Young S.L., Tsukruk V.V. Probing of Polymer Surfaces in the Viscoelastic Regime. *Langmuir*. 2014. Vol. 30. P. 10566–10582. DOI: 10.1021/la404925h
14. Jafarbeglou F., Nazari M.A., Keikha F., Amanpour S., Azadi M. Visco-hyperelastic characterization of the mechanical properties of human fallopian tube tissue using atomic force microscopy. *Materialia*. 2021. Vol. 16. 101074. DOI: 10.1016/j.mtla.2021.101074
15. Chen X., Vlassak J.J. Numerical study on the measurement of thin film mechanical properties by means of nanoindentation. *Journal of Materials Research*. 2001. Vol. 16. P. 2974–2982. DOI: 10.1557/JMR.2001.0408
16. Bec S., Tonck A., Loubet J.L. A simple guide to determine elastic properties of films on substrate from nanoindentation experiments. *Philosophical Magazine*. 2006. Vol. 86. P. 5347–5358. DOI: 10.1080/14786430600660856
17. Ogar P.M., Gorokhov D.B., Kozevnikov A.S. Effective elastic modulus of a layered body. *Modern Technologies. System Analysis. Modeling*. 2016. No. 4. P. 37–42.
18. Volkov S.S. Analytical solution to contact problem on spherical indenter penetration into soft elastic layer. *Vestnik of Don State Technical University*. 2012. Vol. 12, no. 7. P. 5–10.
19. Useinov A.S., Radzinsky S.A., Kravchuk K.S., Zolkina I.Y., Andreeva T.I., Simonov-Emelyanov I.D. Physical and mechanical properties of siloxane coating on polymer substrates. *Plasticheskie Massy*. 2012. No. 4. P. 14–24.
20. Hasan M.M., Johnson C.L., Dunn A.C. Soft Contact Mechanics with Gradient-Stiffness Surfaces. *Langmuir*. 2022. Vol. 38. P. 9454–9465. DOI: 10.1021/acs.langmuir.2c00296
21. Bahr D.F., Woodcock C.L., Pang M., Weaver K.D., Moody N.R. Indentation induced film fracture in hard film – soft substrate systems. *International Journal of Fracture*. 2003. Vol. 119/120. P. 339–349. DOI: 10.1023/A:1024979030155

22. Zha X., Jiang F., Xu X. Investigation of modelling and stress distribution of a coating/substrate system after an indentation test. *International Journal of Mechanical Sciences*. 2017. Vol. 134. P. 1–14. DOI: 10.1016/j.ijmecsci.2017.10.002
23. Morozov I.A., Beliaev A.Y., Kamenetskikh A.S. Strain-Induced Damageability of Elastic-Plastic Carbon Nanocoatings on a Polymer Substrate. *Russian Physics Journal*. 2023. Vol. 66. P. 852–859. DOI: 10.1007/s11182-023-03014-y
24. Oliver W.C., Pharr G.M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *Journal of Materials Research*. 2004. Vol. 19. P. 3–20. DOI: 10.1557/jmr.2004.19.1.3
25. Zhang Y., Wang H., Li X., Tang H., Polycarpou A.A. A finite element correction method for sub-20 nm nanoindentation considering tip bluntness. *International Journal of Solids and Structures*. 2017. Vol. 129. P. 49–60. DOI: 10.1016/j.ijsolstr.2017.09.015
26. Owen D.S. Toward a better modulus at shallow indentations—Enhanced tip and sample characterization for quantitative atomic force microscopy. *Microscopy Research and Technique*. 2023. Vol. 86. P. 84–96. DOI: 10.1002/jemt.24261
27. Yu N., Polycarpou A.A., Conry T.F. Tip-radius effect in finite element modeling of sub-50 nm shallow nanoindentation. *Thin Solid Films*. 2004. Vol. 450. P. 295–303. DOI: 10.1016/j.tsf.2003.10.033
28. Smirnov S.V., Ekzempiarova E.O. Effect of the indenter tip radius on the stress-strain state of elastoplastic materials. *Physical Mesomechanics*. 2009. Vol. 12, no. 6. P. 73–78.
29. Morozov I.A., Izyumov R.I. Challenges of reliable AFM-tip shape reconstruction and approximation. *Microscopy Research and Technique*. 2024. Vol. 87. P. 105–113. DOI: 10.1002/jemt.24415
30. Nguyen Q.D., Chung K.-H. Effect of tip shape on nanomechanical properties measurements using AFM. *Ultramicroscopy*. 2019. Vol. 202. P. 1–9. DOI: 10.1016/j.ultramic.2019.03.012
31. Pharr G.M., Oliver W.C., Brotzen F.R. On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation. *Journal of Materials Research*. 1992. Vol. 7. P. 613–617. DOI: 10.1557/JMR.1992.0613
32. Saha R., Nix W.D. Effects of the substrate on the determination of thin film mechanical properties by nanoindentation. *Acta Materialia*. 2002. Vol. 50. P. 23–38. DOI: 10.1016/S1359-6454(01)00328-7
33. Hay J.C., Bolshakov A., Pharr G.M. A critical examination of the fundamental relations used in the analysis of nanoindentation data. *Journal of Materials Research*. 1999. Vol. 14. P. 2296–2305. DOI: 10.1557/JMR.1999.0306
34. Chung J.Y., Nolte A.J., Stafford C.M. Surface Wrinkling: A Versatile Platform for Measuring Thin-Film Properties. *Advanced Materials*. 2011. Vol. 23. P. 349–368. DOI: 10.1002/adma.201001759
35. Chudinov V.S., Shardakov I.N., Ivanov Y.N., Morozov I.A., Belyaev A.Y. Elastic Modulus of a Carbonized Layer on Polyurethane Treated by Ion-Plasma. *Polymers*. 2023. Vol. 15, no. 6. 1442. DOI: 10.3390/polym15061442