

**МОДЕЛИРОВАНИЕ ОПТИЧЕСКИХ ОТКЛОНЕНИЙ В ИЗОБРАЖЕНИЯХ,
ПОЛУЧАЕМЫХ ЧЕРЕЗ ИНДЕНТОР-ОБЪЕКТИВ,
ДЛЯ КОМБИНИРОВАННЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ IN-SITU**

Г.Х. Султанова, А.С. Усеинов, Р.В. Дигуров, Е.В. Гладких

Гульназ Хакимовна Султанова (ORCID 0000-0002-4770-5724)*

Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов, ул. Центральная, 7а, Троицк, Москва, Российская Федерация, 108840

Московский физико-технический институт, Институтский пер., 9, Долгопрудный, Московская обл., Российская Федерация, 141701

E-mail: sultanova.gkh@phystech.edu*

Алексей Серверович Усеинов (ORCID 0000-0002-9937-0954), Роман Валерьевич Дигуров (ORCID 0009-0002-7505-8314), Екатерина Владимировна Гладких (ORCID 0000-0001-8273-3934)

Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов, ул. Центральная, 7а, Троицк, Москва, Российская Федерация, 108840

E-mail: useinov@mail.ru, roman.digurov@yandex.ru, ekat.gladkih@yandex.ru

Алмазный индентор-объектив, применяемый для комбинированных in-situ исследований методами инструментального индентирования и оптической микроскопии, имеет специальную запатентованную геометрию, характерной особенностью которой является формирование пирамиды типа Берковича на двух противоположных сторонах индентора. Изготовление такого изделия является кропотливым технологическим процессом, который в силу своей сложности зачастую сопровождается возникновением нежелательных отклонений в форме индентора. В данной работе проведена классификация возможных дефектов геометрии индентора, приводящих к искажению оптического изображения, а также исследована степень их влияния на методические и метрологические аспекты применения индентора-объектива. В частности, рассмотрены случаи параллельного смещения оси одной из пирамид, ненулевой угол между осями, угол между ребрами, отличный от 60° , относительно общей оси пирамид. В результате моделирования хода лучей через индентор-объектив и последующего анализа модельных оптических изображений были выявлены искажения, характерные для каждого вида дефектов геометрии индентора. Отличительные признаки изображений, соответствующих разным видам дефектов, позволяют использовать оптическое наблюдение через индентор-объектив как эффективный метод контроля его геометрии. Допустимые отклонения геометрии индентора-объектива также определяются характеристиками других элементов оптической схемы, используемых совместно с индентором-объективом. В работе выявлены соотношения между глубиной резкости, фокусным расстоянием объектива микроскопа и допусками на угловые и линейные размеры индентора-объектива. Полученные результаты представляют интерес для разработки методов совершенствования технологии изготовления инденторов-объективов. Различные комбинации описанных в работе дефектов будут рассмотрены в ходе дальнейших исследований.

Ключевые слова: двухсторонний индентор, наблюдение поверхности, разориентировка граней, смещение осей, инструментальное индентирование

Для цитирования:

Султанова Г.Х., Усеинов А.С., Дигуров Р.В., Гладких Е.В. Моделирование оптических отклонений в изображениях, получаемых через индентор-объектив, для комбинированных исследований механических свойств *in-situ*. *Изв. вузов. Химия и хим. технология*. 2023. Т. 66. Вып. 10. С. 97–101. DOI: 10.6060/ivkkt.20236610.10y.

For citation:

Sultanova G.Kh., Useinov A.S., Digurov R.V., Gladkih E.V. Modeling of optical deviations in indenter-objective images for combined *in-situ* research of mechanical properties. *ChemChemTech [Izv. Vyssh. Uchebn. Zaved. Khim. Khim. Tekhnol.]*. 2023. V. 66. N 10. P. 97–101. DOI: 10.6060/ivkkt.20236610.10y.

MODELING OF OPTICAL DEVIATIONS IN INDENTER-OBJECTIVE IMAGES FOR COMBINED IN-SITU RESEARCH OF MECHANICAL PROPERTIES

G.Kh. Sultanova, A.S. Useinov, R.V. Digurov, E.V. Gladkih

Gulnaz Kh. Sultanova (ORCID 0000-0002-4770-5724)*

Technological Institute for Superhard and Novel Carbon Materials, Tsentralnaya st., 7a, Troitsk, Moscow, 108840, Russia

Moscow Institute of Physics and Technology (National Research University), Institutskiy Per., 9, Dolgoprudny, Moscow Region, 141701, Russia

E-mail: sultanova.gkh@phystech.edu*

Alexey S. Useinov (ORCID 0000-0002-9937-0954), Roman V. Digurov (ORCID 0009-0002-7505-8314), Ekaterina V. Gladkih (ORCID 0000-0001-8273-3934)

Technological Institute for Superhard and Novel Carbon Materials, Tsentralnaya st., 7a, Troitsk, Moscow, 108840, Russia

E-mail: useinov@mail.ru, roman.digurov@yandex.ru, ekat.gladkih@yandex.ru

The diamond indenter-objective used for combined in-situ studies by instrumental indentation and optical microscopy has a special patented geometry, characterized by the formation of a Berkovich-type pyramid on the two opposite sides of the indenter. Manufacturing such a product is a laborious technological process that, due to its complexity, is often accompanied by undesirable deviations in the shape of the indenter. This paper classifies possible defects of indenter geometry leading to optical image distortion and investigates the degree of their influence on the methodological and metrological aspects of indenter-objective applications. In particular, cases of parallel axis displacement of one of the pyramids, nonzero angle between the axes, and an angle between the edges other than 60° relative to the general axis of the pyramids are considered. As a result of simulation of the ray path through the indenter-objective and subsequent analysis of model optical images, distortions characteristic of each type of indenter geometry defects were identified. Distinctive features of the images corresponding to different types of defects allow using optical observation through the indenter-objective as an effective method of controlling its geometry. The permissible deviations of the indenter-objective geometry are also determined by the characteristics of other elements of the optical scheme used together with the indenter-objective. The paper reveals the relations between the depth of field, focal length of the microscope objective and tolerances on the angular and linear dimensions of the indenter-objective. The obtained results are of interest for the development of methods to improve the technology of indenter-objective manufacturing. Various combinations of the defects described in the paper will be considered in further research.

Key words: double-sided indenter, surface observation, contact area, face misorientation, axis displacement, instrumental indentation

ВВЕДЕНИЕ

Комбинированные методы *in-situ* исследований напряженно-деформированного состояния материалов широко применяются на протяжении последних десятилетий [1-4]. Множество работ посвящено наблюдению деформаций методами электронной микроскопии при локальном нагружении [5-7]. Испытания проводят путем нагружения образца атомно-силовым микроскопом и *in-situ* наблюдением методами СЭМ и ПЭМ, что обеспечивает малые деформации материала и высокое разрешение изображений.

Образцы материалов толщиной от нескольких сотен нанометров исследуются при локальном нагружении методом инструментального индентирования [8]. При этом появляется возможность проводить комбинированные исследования напряженно-деформированного состояния материалов с использованием ряда оптических и спектроскопических методов исследования, в том числе оптической микроскопии, электронной микроскопии, спектроскопии комбинационного рассеяния, спектроскопии Манделъштама-Бриллюэна [9-15]. Такие методы испытаний позволяют исследовать механические свойства новых материалов малых раз-

меров, в том числе наноструктурированных углеродных материалов [16].

Существуют различные варианты реализации *in-situ* исследований, сочетающих инструментальное индентирование и оптические методы. Конструкция с расположением индентирующей головки и микроскопа по разные стороны от образца позволяет исследовать прозрачные материалы [17]. Для непрозрачных объектов в работе [18] была использована конструкция установки с расположением модулей по одну сторону от образца таким образом, что объектив микроскопа находится под углом к исследуемой поверхности, что обеспечивает наблюдение деформируемой под индентором области. Зачастую используется индентор типа Берковича, представляющий собой трехгранную пирамиду с углом между высотой и гранью пирамиды $\alpha = 65,03^\circ$. Возможность оптического наблюдения непосредственно области контакта реализуется при применении в качестве нагружающего наконечника индентора-объектива, представляющего собой алмазный цилиндр с двумя пирамидами типа Берковича на торцах, причем грани повернуты на 60° относительно общей оси пирамид [19-22]. Описанная геометрия обеспечивает прохождение преломленных лучей сквозь индентор под углом, равным углу падения.

Целью данной работы является установление соответствия между дефектами геометрии индентора-объектива и артефактами формирующегося через него изображения.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Наблюдение индентируемой области образца осуществляется сквозь индентор-объектив, расположенный между образцом и объективом оптического микроскопа. Получаемое при этом изображение разбивается на три сектора, параллельный перенос которых позволяет реконструировать исходное изображение (рис. 1). Технология изготовления инденторов позволяет контролировать углы, характеризующие стандартный наконечник, однако при изготовлении индентора-объектива могут возникнуть дефекты геометрии, влияющие на качество изображения. Анализ изображения, получаемого через индентор-объектив, позволит качественно и количественно определить дефект геометрии индентора.

Объектом исследований является двухсторонний алмазный индентор-объектив, используемый в качестве сменного наконечника нанотвердомера или СпектроИндентора НаноСкан. На основании анализа технологии изготовления данного изделия методами механической огранки выделены

следующие наиболее часто встречающиеся виды дефектов геометрии (рис. 2):

- параллельное смещение осей противоположащих пирамид;
- угол между осями противоположащих пирамид;
- отклонение от 60° угла между проекциями и ребер.

Было проведено моделирование изображений, получаемых через двухсторонний индентор, с целью исследования влияния перечисленных выше дефектов геометрии на качество получаемого изображения.

Моделирование хода лучей и формирование изображений проведено в программе TracePro (США, Lambda Research Corporation), предназначенной для проектирования и анализа оптических систем. Изображение формировалось через простейшую оптическую систему из одной собирающей линзы и алмазных инденторов с различными дефектами геометрии.

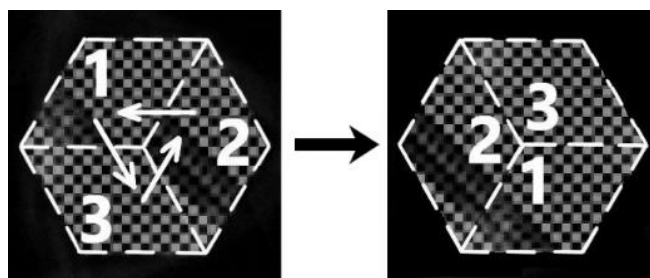


Рис. 1. Реконструкция исходного изображения
Fig. 1. Reconstruction of the original image

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 2 показаны изображения, сформированные в результате нарушений геометрии индентора-объектива различных типов: параллельного смещения осей двух пирамид (а), ненулевого угла между осями пирамид (б), разориентировки пирамид относительно их общей оси на угол, отличный от 60° (в).

Параллельное смещение осей пирамид приводит к смещению на изображении точки пересечения секторов на величину смещения осей, форма секторов при этом трансформируется в параллелограмм. Ненулевой угол между осями приводит к повороту и искажению форм секторов, смещению центральной точки между секторами на расстояние, зависящее от угла наклона и высоты индентора. Изображение, полученное через индентор с разориентировкой пирамид относительно их общей оси, состоит из секторов одинаковой формы, границы которых повернуты на угол разориентировки.

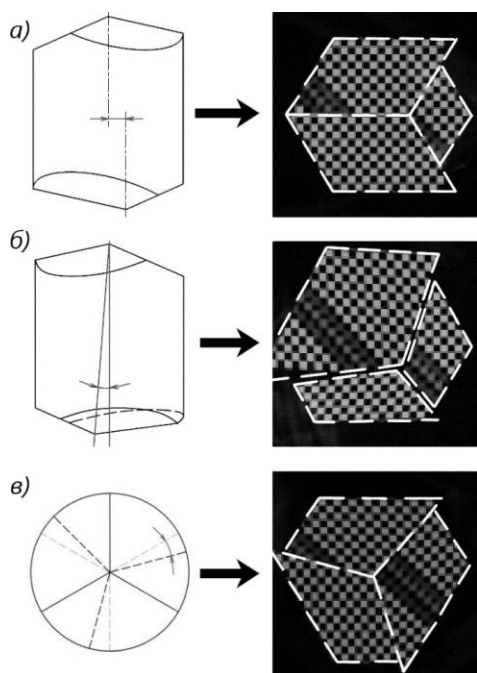


Рис. 2. Вид дефекта геометрии индентора-объектива и характерное искажение изображения при: а) параллельном смещении оси, б) ненулевом угле между осями пирамид, в) разориентировке пирамид

Fig. 2. Type of indenter-objective geometry defect and typical image distortion at: а) parallel displacement of the axis, б) non-zero angle between the axes of the pyramids, в) misorientation of the pyramids

Характерный радиус r видимой через индентор области определяется соотношением:

$$r = L \cdot \frac{\sin \alpha \cos \alpha \left(\sqrt{n_2^2 - n_1^2 \cos^2 \alpha} - n_1 \sin \alpha \right)}{\sqrt{n_2^2 - n_1^2 \cos^2 \alpha}}, \quad (1)$$

где L – высота индентора, α – угол между высотой пирамиды и гранью, n_1 – показатель преломления среды, n_2 – показатель преломления индентора. Для алмазного двухстороннего индентора с пирамидами типа Берковича $r = 0,23 \cdot L$.

Параллельное смещение осей пирамид приводит к сокращению видимой области одного или двух секторов, при этом центральная часть изображения сохраняется. Потеря 10% площади изображения при наблюдении через алмазный двухсторонний индентор с пирамидами типа Берковича (что можно считать значительным дефектом индентора, влияющим на его функциональную характеристику) происходит при следующем соотношении величины смещения оси x и высоты L индентора: $x = 0,035 \cdot L$.

Нарушения геометрии индентора-объектива, связанные с разориентировкой пирамид (угол между осями, угол между ребрами, отличный от 60°), приводят к непараллельности противолежа-

щих граней индентора. Одним из критериев максимально допустимого угла σ между гранями является возможность фокусировки на секторе, что определяется глубиной резкости h используемого объектива микроскопа:

$$\operatorname{tg} \sigma < \frac{h}{r}. \quad (2)$$

Поскольку три пары углов между гранями связаны, данное условие определяет максимальный из них.

Изображение формируется сквозь индентор, показатель преломления которого > 1 , что приводит к смещению фокальной плоскости объектива. Это позволяет использовать индентор, высота которого больше фокусного расстояния объектива:

$$F > L(1 - k \sin \alpha), \quad (3)$$

где коэффициент k определяется характерным углом индентора α .

Для алмазного индентора-объектива с пирамидами типа Берковича $k = 0,685$, соотношение принимает вид: $F > 0,38 \cdot L$.

ВЫВОДЫ

В работе проведена классификация видов дефектов, оказывающих наиболее сильное влияние на качество изображений, получаемых с использованием алмазного индентора-объектива. Моделирование различных типов дефектов двухсторонних инденторов позволило определить критерии формирования приемлемого для комбинированных *in-situ* исследований изображения. Ограничения, накладываемые на геометрию индентора, также связаны с характеристиками оптических элементов, совместно с которыми в оптической схеме используется индентор-объектив.

Для двухстороннего алмазного индентора-объектива с огранкой в форме пирамид типа Берковича выявлены следующие соотношения:

- Потеря 10% площади изображения наблюдается при условии:

$$\frac{\text{СМЕЩЕНИЕ ОСИ}}{\text{ВЫСОТА ИНДЕНТОРА}} = 3,5\%. \quad (4)$$
- Фокусное расстояние объектива F и высота индентора L должны удовлетворять соотношению: $F > 0,38 \cdot L$.

- Максимальный угол σ между противолежащими гранями зависит от глубины резкости объектива и высоты индентора: $\operatorname{tg} \sigma < h / (0,23 \cdot L)$.

Выработанные рекомендации легли в основу совершенствования технологии изготовления инденторов-объективов в части допусков на их геометрию, а также их оперативного технологического контроля.

Исследование выполнено с использованием оборудования Центра коллективного пользования ФГБНУ ТИСНУМ «Исследования наноструктурных, углеродных и сверхтвёрдых материалов».

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов, требующего раскрытия в данной статье.

The study was carried out using the equipment of the Center for Collective Use of the Federal State Budgetary Scientific Institution TISNUM “Research of nanostructured, carbon and superhard materials”.

The authors declare the absence a conflict of interest warranting disclosure in this article.

ЛИТЕРАТУРА REFERENCES

1. Weidner A., Biermann H. // *JOM*. 2015. V. 67. N 8. P. 1729–1747. DOI: 10.1007/s11837-015-1456-y.
2. Liu H., Liang X., Nakajima K. // *J. Polym. Sci.* 2022. V. 60. N 22. P. 3134–3140. DOI: 10.1002/pol.20220345.
3. Minor A.M., Dehm G. // *MRS Bull.* 2019. V. 44. N 6. P. 438–442. DOI: 10.1557/mrs.2019.127.
4. Li C., Zhao H., Sun L., Yu X. // *Adv. Mech. Eng.* 2019. V. 11. N 7. P. 1687814019862919. DOI: 10.1177/1687814019862919.
5. Li X., Sun M., Shan Ch., Chen Q., Wei X. // *Adv. Mater. Interfaces.* 2018. V. 5. N 5. P. 1701246. DOI: 10.1002/admi.201701246.
6. Li Y., Yang J., Pan Zh., Tong W. // *Fuel*. 2020. V. 260. P. 116352. DOI: 10.1016/j.fuel.2019.116352.
7. Li P., Kang Zh., Zhang Zh., Liao Q., Rao F., Lu Y., Zhang Y. // *Mater. Today*. 2021. V. 51. P. 247–272. DOI: 10.1016/j.mattod.2021.10.009.
8. Oliver W.C., Pharr G.M. // *J. Mater. Res.* 1992. V. 7. N 6. P. 1564. DOI: 10.1557/JMR.1992.1564.
9. Liu D., Flewitt P. // *Spectrosc. Prop. Inorg. Organomet. Compd.* 2014. V. 45. P. 141–177. DOI: 10.1039/9781782621485-00141.
10. Angel R., Murri M., Mihailova B., Alvaro M. // *Z. Kristallogr. Cryst. Mater.* 2018. V. 234. DOI: 10.1515/zkri-2018-2112.
11. Ma L., Qiu W., Fan X. // *Microelectron. Reliab.* 2021. V. 118. P. 114045. DOI: 10.1016/j.microrel.2021.114045.
12. Li D., Nakamura A., Honda F., Sato Y., Homma Y., Shimizu Y., Ishizuka J., Yanase Y., Knebel G., Flouquet J., Aoki D. // *J. Phys. Soc. Japan*. 2021. V. 90. P. 73703. DOI: 10.7566/JPSJ.90.073703.
13. Wermelinger T., Spolenak R. // *J. Appl. Phys.* 2009. V. 106. N 6. P. 64907. DOI: 10.1063/1.3224891.
14. Jochum T., Reimann I.E., Lance M. J., Fuller Jr. E.R. // *J. Am. Ceram. Soc.* 2009. V. 92. N 4. P. 857–863. DOI: 10.1111/j.1551-2916.2009.02994.x.
15. Gerbig Y.B., Stranick S.J., Cook R.F. // *Scr. Mater.* 2010. V. 63. N 5. P. 512–515. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2010.05.017.
16. Павлюченко П.Е., Серопян Г.М., Тренихин М.В., Дроздов В.А. // *Рос. хим. ж.* 2018. Т. 62. № 1-2. С. 171-180. Pavlyuchenko P.E., Seropyan G.M., Trenikhin M.V., Drozdov V.A. // *Ross. Khim. Zhurn.* 2018. V. 62. N 1-2. P. 171-180. DOI: 10.6060/rcj.2018621-2.14.
17. Gerbig Y.B., Michaels C.A., Forster A.M., Hettenhouser J.W., Byrd W.E., Morris D.J., Cook R.F. // *Rev. Sci. Instrum.* 2012. V. 83. N 12. P. 125106. DOI: 10.1063/1.4769995.
18. Manimunda P., Hintsala E., Asif S., Mishra M.K. // *JOM*. 2017. V. 69. N 1. P. 57–63. DOI: 10.1007/s11837-016-2169-6.
19. Maslenikov L.L., Reshetov V.N., Useinov A.S., Doronin M.A. // *Instrum. Exp. Tech.* 2018. V. 61. N 5. P. 719–724. DOI: 10.1134/S002044121804022X.
20. Решетов В.Н., Султанова Г.Х., Усеинов А.С., Кудряшов И.А., Будич К. // *Изв. вузов. Химия и хим. технология.* 2021. Т. 64. Вып. 12. С. 34-40. Reshetov V.N., Sultanova G.Kh., Useinov A.S., Kudryashov I.A., Budich K. // *ChemChemTech [Izv. Vyssh. Uchebn. Zaved. Khim. Khim. Tekhnol.]*. 2021. V. 64. N 12. P. 34-40 (in Russian). DOI: 10.6060/ivkkt.20216412.2y.
21. Useinov A., Reshetov V., Gusev A., Gladkih E. // *J. Appl. Phys.* 2022. V. 132. N 12. P. 121101. DOI: 10.1063/5.0099166.
22. Maslenikov L., Useinov A. // *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.* 2020. V. 758. N 1. P. 12056. DOI: 10.1088/1757-899X/758/1/012056.

Поступила в редакцию 12.05.2023

Принята к опубликованию 16.06.2023

Received 12.05.2023

Accepted 16.06.2023