

doi: 10.11823/j.issn.1674-5795.2019.06.09

激光扫描共聚焦显微镜在微小硬度压痕测量中的应用研究

李杨, 张凯林, 石伟

(航空工业北京长城计量测试技术研究所, 北京 100095)

摘要: 尝试将激光扫描共聚焦显微镜应用于微小硬度压痕的测量中, 不仅可以得到硬度压痕的三维形貌, 而且利用共聚焦测量方法高分辨力的特点, 解决了小于 20 μm 的微小硬度压痕无法测量的难题。本文给出了测量微小硬度压痕的方法, 并给出了具体步骤和实例; 用所得到的压痕的三维形貌表征材料在压入过程中在压头周围所产生的堆积, 可以扩展硬度测量的尺度, 对于硬度测量的下一步发展具有积极的指导意义。

关键词: 计量学; 激光扫描共聚焦显微镜; 微小硬度压痕; 测量; 应用研究

中图分类号: TB9

文献标识码: A

文章编号: 1674-5795(2019)06-0046-04

Application of Laser Scanning Confocal Microscope in Microvickers Hardness Indentation Measurement

LI Yang, ZHANG Kailin, SHI Wei

(Changcheng Institute of Metrology and Measurement, Beijing 100095, China)

Abstract: This paper attempts to apply laser scanning confocal microscope to the measurement of microvickers hardness indentation, which can not only obtain the three-dimensional shape of indentation, but also solve the problem that indentation less than 20 μm cannot be measured by using the characteristics of high-resolution of confocal measurement method. In this paper, the method, steps and examples of indentation measurement are given. The three-dimensional shape of the indentation can be used to characterize the accumulation of materials around the indenter during the pressing process, which can expand the scale of hardness measurement, and has a positive guiding significance for the next development of hardness measurement.

Key words: metrology; laser scanning confocal microscope; microvickers hardness indentation; measurement; applied research

0 引言

随着航空材料性能的不断提高, 对硬度测量也提出了新的要求。对于微小硬度压痕的测量, 现在普遍采用传统光学显微镜或 CCD 图像采集与处理的方法获得显微硬度压痕两对角线的长度, 再通过公式计算出显微硬度压痕的投影面积。对涂层较薄的试样进行硬度测量时, 要求压痕深度必须小于试样的十分之一, 此时传统的宏观测量则不能满足要求; 尺寸较小的显微维氏硬度压痕也要求其对角线大于 20 μm , 对小于 20 μm 的压痕, 其边缘堆积对压痕测量的影响较大。采用光学显微镜直接测量压痕对角线的方法, 由于光学显微镜的衍射及分辨力的影响, 其测量精度、自动化程度和测量效率都已不能满足要求, 且引入的人员误差也更大; 采用 CCD 图像采集与处理的方式, 由于光源照明强度对图像成像的影响较大, 造成在对角线小于 20 μm 的小压痕无法测量。另外, 由于两种传统

方法都无法分析出微小硬度压痕图像边缘的突起变化, 所以都无法实现微小硬度压痕的准确测量。

激光扫描共聚焦是一种利用逐点照明和空间针孔调制来去除样品非焦点平面散射光的光学成像手段。和两种现在使用的测量技术相比, 共聚焦显微镜具有景深浅、不受照明强度变化影响、可以得到被测压痕的三维形貌、有效识别压痕边缘凸起状态、易于保证测量精度等优点^[1]。

Li Ma and Sam Low 等人在研究布氏硬度压痕过程中发现压痕的边缘是一个由材料堆积或下沉形成的曲面, 这使得压痕的边缘难以清晰分辨, 从而影响直径测量^[2]。传统光学测量过程中测量人员寻找焦平面一般是依据经验寻找, 找到测量人员认为的最清晰的焦平面, 之后测量压痕的对角线。但每次测量人为干扰因素较大, 通过对角线长度计算得出硬度值, 即使对角线偏差差异不大, 计算的硬度也会有较大差异。

LSCM(激光扫描共聚焦显微镜)测量的数据是深度数据,可以准确地获得不同的焦平面。在本研究中通过寻找适当的焦平面,可以减小硬度压痕测量的不确定度。

本文提出一种基于共聚焦原理的微小硬度压痕测量技术,利用共聚焦技术来测量压痕的三维形貌,可以测量压痕的体积、面积、对角线长度和深度数据,解决了小于 $20\ \mu\text{m}$ 的微小硬度压痕无法测量的难题。根据得到的压痕的三维形貌,可以表征材料在压入过程中在压头周围所产生的堆积,对于硬度测量的下一步发展具有积极的指导意义。

1 共聚焦原理

如图 1 所示,共聚焦测量系统采用激光束作为光源,激光束经照明针孔,通过分光镜反射至物镜,并聚焦于被测样本上,对样本焦平面上每一点进行扫描。反射光经原来入射光路直接反向回到分光镜,通过探测针孔时先聚焦,聚焦后的光被探测器收集,并将信号输送到计算机,处理后在计算机显示器上显示图像^[3]。在这个光路中,只有在焦平面的光才能穿过探测针孔,焦平面以外区域射来的光线在探测小孔平面是离焦的,不能通过小孔。因此,非观察点的背景呈黑色,反差增加,成像清晰。由于照明针孔与探测针孔相对于物镜焦平面是共轭的,焦平面上的点同时聚焦于照明针孔与探测针孔,焦平面以外的点不会在探测针孔处成像,此即为共聚焦原理^[4]。

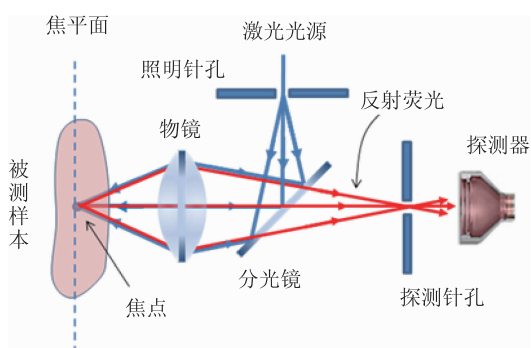


图 1 共聚焦测量原理图

将顶部两相对面夹角为 136° 的正四棱锥体金刚石压头用规定的试验力压入试样表面,经一定的保持时间后卸除试验力。试验力除以试样表面的压痕面积之商即为显微维氏硬度。由共聚焦测量技术得到微小硬度压痕的对角线长度,通过公式(1)计算其硬度值。

$$HV = 0.102 \times \frac{2F \sin(136^\circ/2)}{d^2} = 0.1891 \times \frac{F}{d^2} \quad (1)$$

式中: F 为载荷; d 为压痕对角线长度。

2 测试方法

测试方法流程图如图 2 所示。

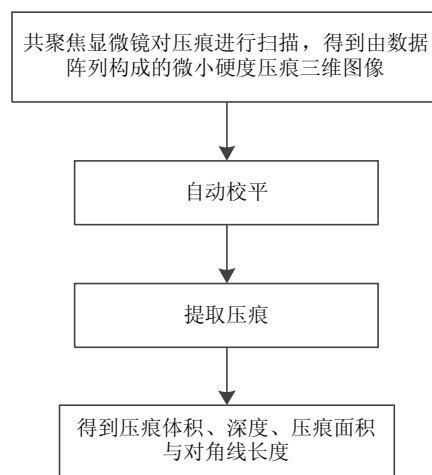


图 2 测试方法流程图

1) 使用 HUE-LSCM 型激光扫描共聚焦显微镜的三维测量功能对微小硬度压痕进行三维扫描测量,并得到由数据阵列构成的微小显微硬度压痕三维图像,如图 3 所示。

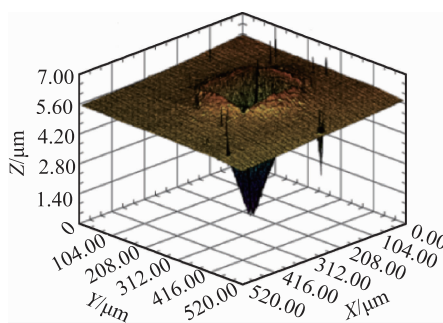


图 3 微小硬度压痕三维图像

2) 测量的试样的表平面并不一定与共聚焦显微镜的镜头垂直,可能会由于试样表面的不平整或倾斜使得测量的压痕也呈现倾斜的状态,因此必须对测得的数据进行倾斜校平。通过扫描样本高度数据的信息概率分布自动提取非压痕区域作为校平参考数据集,利用矩阵旋转迭代算法将被测样本测量结果校平,获得压痕轴线垂直的压痕,便于后续的压痕提取与测量。

3) 利用校平基准平面作为压痕上表面提取位置数据,自动提取压痕有效区域的三维点云数据,如图 4

所示。

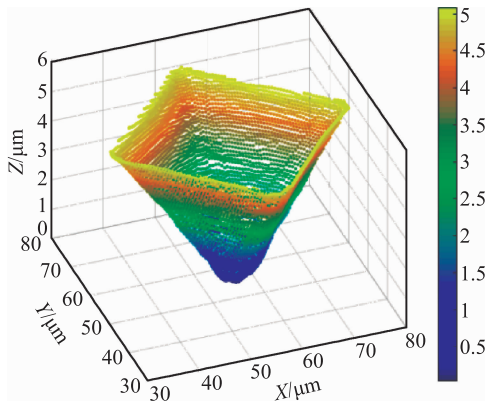


图 4 提取压痕的三维结果显示

4) 利用 roberts 算子图像处理方法, 可以获得压痕的边缘图像, 图 5 所示为自动提取压痕的边缘图像。计算机自动计算压痕面积 S 与对角线长度 L , 利用微积分原理计算压痕体积 V , 进而假设压痕近似为正四面体结构, 计算得到压痕深度 h 。

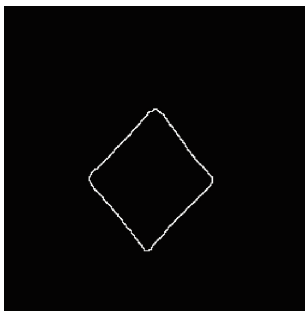


图 5 提取压痕边缘图像

3 实验及结果分析

3.1 实验前准备

选用材料为常用的钢硬度块, 如图 6 所示, 采用标准级显微硬度计在中间画圈范围内进行压痕的打压, 获得微小硬度压痕, 将带有压痕的比对硬度块放置在 HUE-LSCM 型激光扫描共聚焦显微镜上, 如图 7 所示。

3.2 实验结果分析

按照上述测试方法, 对钢制的硬度块上不同试验力产生的硬度压痕进行了测量, 取其中的三个压痕为例, 整理得到硬度压痕的测量数据, 并计算标准差等参数用来评定测量结果的重复性, 相关试验结果如表 1、表 2、表 3 所示。

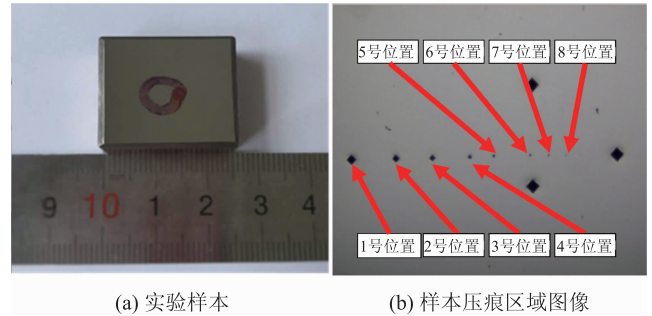


图 6 实验用硬度块

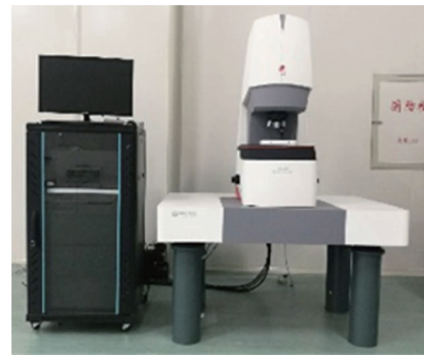


图 7 HUE-LSCM 型激光扫描共聚焦显微镜

表 1 1 号压痕(物镜 NA0.55, 数据点数 1024 × 1024)

测试编号	面积/(μm) ²	体积/(μm) ³	对角线长/ μm	深度/ μm
1	1098.76	1921.09	46.88	5.25
2	1099.02	1929.47	46.88	5.27
3	1096.68	1933.94	46.83	5.29
4	1097.52	2009.14	46.85	5.49
5	1098.91	1966.91	46.88	5.37
平均值	1098.18	1952.11	46.86	5.33
标准差	1.03	36.32	0.02	0.10

表 2 4 号压痕(物镜 NA0.8, 数据点数 1024 × 1024)

测试编号	面积/(μm) ²	体积/(μm) ³	对角线长/ μm	深度/ μm
1	219.33	200.35	20.94	2.74
2	218.66	170.55	20.91	2.34
3	219.44	166.64	20.95	2.28
4	220.01	200.79	20.98	2.74
5	219.89	170.39	20.97	2.32
6	218.69	167.25	20.91	2.29
平均值	219.34	179.33	20.94	2.45
标准差	0.57	16.53	0.03	0.22

表3 8号压痕(物镜NA0.8,数据点数1024×1024)

测试编号	面积/ $(\mu\text{m})^2$	体积/ $(\mu\text{m})^3$	对角线长/ μm	深度/ μm
1	21.21	4.78	6.51	0.68
2	21.17	4.85	6.51	0.69
3	21.28	4.94	6.52	0.70
4	21.37	5.27	6.54	0.74
5	21.28	5.06	6.52	0.71
6	21.51	5.03	6.56	0.70
平均值	21.30	4.99	6.53	0.70
标准差	0.12	0.17	0.02	0.02

由表1、表2和表3数据可知,使用激光扫描共聚焦显微镜测量压痕,其面积、体积、对角线长度和深度的标准差较小,数据的重复性较好,因此利用激光扫描共聚焦显微镜测量压痕的方法具有可行性。

当假设压痕为标准的四棱锥时,压痕的深度与面积的关系在理论上由公式(2)给出。

$$S = 4h^2 \tan^2 68^\circ = 24.504h^2 \quad (2)$$

式中: S 为压痕面积; h 为压痕深度。

利用表1、表2、表3中的数据计算可得,压痕深度与压痕表面积的实际值与公式(2)的理论计算结果偏差较大。这是由于压头在打压试样时,会有弹性变形和塑性变形,而其中的弹性变形在试验力去除后会恢复。因此,针对某种材料的压痕与表面积的实际计算公式将有待进一步的实验进行分析与验证。

应用共聚焦原理可以获得硬度压痕的三维形貌,可以清晰地看到压痕边缘的堆积或下沉,可以更准确地获得压痕的边缘信息,同时对于研究力作用下试样的变化有重要意义。针对一个试样的硬度值,即使施加力的大小不同,但根据硬度公式测得的硬度值在理论上应该是一致的,在此研究中出现的硬度值不一致的现象是由于压痕尺寸效应所导致的,因此应用共聚焦原理研究不同材料的压痕尺寸效应对于硬度的测量将非常重要。

4 结论

利用激光扫描共聚焦显微镜成像原理及其具有高

分辨力的特点,测量微小硬度压痕,能够带来以下优点:①能够得到准确的压痕的三维形貌,并且有效识别微小显微硬度压痕的边缘凸起;②能够得到准确的压痕深度、对角线和体积的值,间接可以得到试样的硬度值;③突破了显微维氏标准中压痕对角线不得小于 $20\mu\text{m}$ 的限制,为微小硬度压痕的测量提供了新的方法。

在上述实验结果中,压痕深度与压痕面积的值与理论公式的计算结果不完全相同,共聚焦显微镜的精度在 Z 轴方向上更高一些,因此,下一步研究材料的深度与压痕面积在实际中的数学模型,将可以更好地发挥共聚焦显微镜的优势。通过共聚焦显微镜可以获得微小尺寸下的压痕,由此计算得到的硬度值比实际宏观尺寸下的硬度值稍大,这是由压痕尺寸效应所导致的,在准确测量的基础上研究产生压痕尺寸效应的原因,以及如何解释和描述压痕尺寸效应将是进一步的研究方向。

参 考 文 献

- [1] 霍霞. 激光共聚焦显微镜与光学显微镜之比较[J]. 激光生物学报, 2001, 10(1): 76-78.
- [2] Li Ma, Sam Low, John Song. Investigation of Brinell Indentation Diameter From Confocal Microscope Measurement and FEA Modeling[C]//Recent Advancement of Theory and Practice in Hardness Measurement. Tsukuba, Japan: HARDMEKO, 2007: 65-70.
- [3] 李叶, 黄华平, 林培群, 等. 激光扫描共聚焦显微镜[J]. 实验室研究与探索, 2015, 34(7): 262-265, 269.
- [4] 王春梅, 黄晓峰, 杨家骥, 等. 激光扫描共聚焦显微镜技术[M]. 西安: 第四军医大学出版社, 2004.

收稿日期: 2019-09-05; 修回日期: 2019-10-10

基金项目: 航空科学基金资助项目(2017ZD44007)

作者简介

李杨(1990-),女,工程师,硕士,2015年毕业于北京工商大学,同年到航空工业北京长城计量测试技术研究所工作至今。主要承担硬度相关方向的科研工作,发表论文2篇。

