

ИНДЕНТИРОВАНИЕ ОТ МАКРО- ДО НАНОМЕТРОВОГО УРОВНЯ И ПРИМЕРЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СВОЙСТВ МАТЕРИАЛОВ С ОСОБОЙ СТРУКТУРОЙ

Ю. А. ХОХЛОВА, Д. А. ИЩЕНКО, М. А. ХОХЛОВ

ИЭС им. Е. О. Патона НАН Украины. 03680, г. Киев-150, ул. Казимира Малевича, 11. E-mail: office@paton.kiev.ua

Индентирование является наиболее точным, теоретически и экспериментально подтвержденным стандартизированным методом определения физико-механических свойств микро- и нанометрового уровня для материалов с тонкой структурой, локальным градиентом свойств, материалов в состоянии интенсивной пластической деформации или после термического воздействия, а также сверхтвердых, хрупких и эластичных материалов, механические свойства которых невозможно определить иными способами. Методология определения прецизионными средствами разрабатывается в рамках перспективного научного направления, которое можно назвать механикой нанотестирования. Библиогр. 8, рис. 9.

Ключевые слова: физико-механические свойства, наноиндентирование, микроиндентирование, твердость, модуль упругости Юнга, упрочнение

Перспективным направлением развития методологии изучения ресурсных возможностей и служебных характеристик конструкционных материалов является локализация исследуемых объемов материала до масштабов микро- и нанометрового уровня. Получаемые при этом физико-механические свойства существенно отличаются от свойств, проявляющихся в макроскопических масштабах. Обычные методы, которые используются для определения свойств материалов в макрообъемах, непригодны для изучения и диагностирования объектов структуры порядка 1 мкм и менее. Методология определения механических свойств прецизионными средствами разрабатывается в рамках перспективного научного направле-

ния, которое можно назвать механикой нанотестирования [1].

Индентирование – это тест, основанный на методе Оливера и Фарра [2] для определения твердости и модуля упругости по диаграммам индентирования, которые фиксируются при непрерывном внедрении алмазного трехгранного пирамидального индентора Берковича [3] в соответствии с ISO/FDIS 14577-1:2015; Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters. – Part 1: Test method (ISO Central Secretariat, Geneva, Switzerland) (рис. 1).

Описание методики и оборудования. В тестировании применяется прибор «Микро-гамма» (рис. 2), разработанный в лаборатории нанотехно-

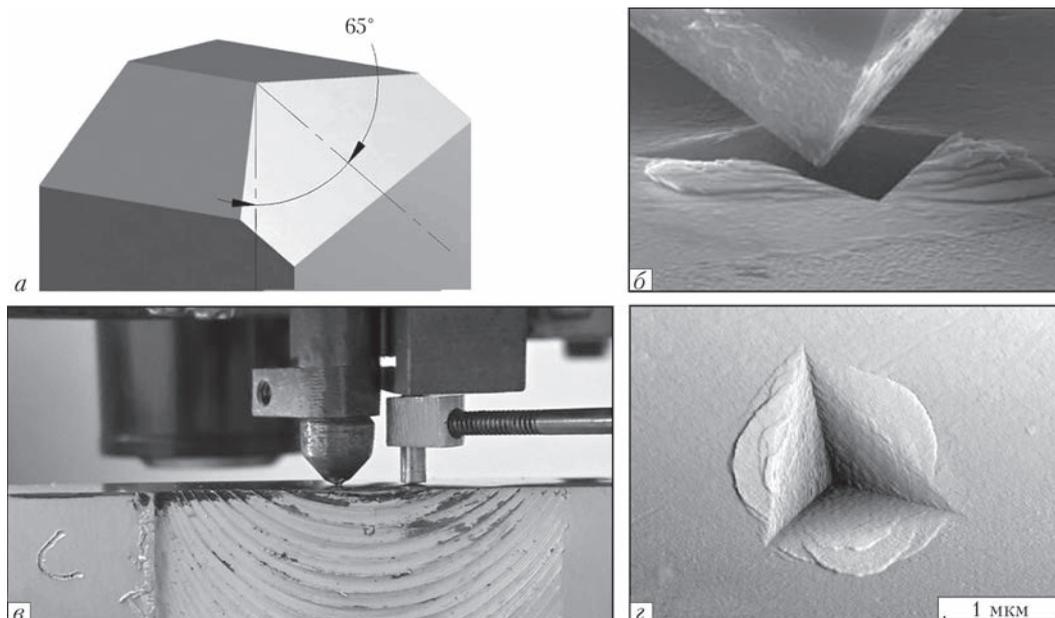


Рис. 1. Индентор Берковича (а), установка индентора на поверхность образца для теста (б, в) и отпечаток индентора в материале (г)

© Ю. А. Хохлова, Д. А. Ищенко, М. А. Хохлов, 2017



Рис. 2. Прибор «Микрон-гамма» в процессе записи диаграммы непрерывного внедрения индентора в тестируемый материал

логий Аэрокосмического института Национального авиационного университета.

Результатом измерения является получение записи диаграммы непрерывного внедрения индентора в режиме нагружение–разгрузка и программного компьютерного расчета значений микротвердости по Мейеру, модуля упругости Юнга, коэффициента пластичности и др. Во время испытаний регистрируется зависимость глубины внедрения индентора от нагрузки как при ее увеличении, так и при уменьшении, что позволяет получить значения невосстановленной твердости и исключает влияние упругого восстановления материала на фактическое значение микротвердости.

Технические характеристики прибора: максимальная нагрузка на индентор 500 г; погрешность по нагрузке 0,001 г; погрешность по глубине внедрения индентора 5 нм; максимальная глубина индентирования 200 мкм. Погрешность измерений составляет 100 нм и определяется, главным образом, неточностью начала отсчета глубины отпечатка, что зависит от геометрических параметров индентора, в частности от размера скругления (притупления) вершины трехгранного ин-

дентора. Точность измерений обеспечивается предварительным индентированием калибровочного образца и ежегодной «ювелирной» заточкой алмаза под стандарт. Подготовку образцов для индентирования обычно проводят в соответствии со стандартной процедурой полировки до образования зеркальной поверхности и без травления, что исключает формирование микрошероховатостей, влияющих на точность испытания.

При обычных испытаниях на твердость, например, на приборе ПМТ-3, с помощью алмазного четырехгранного индентора Виккерса измеряют размер отпечатка, твердость находят как отношение нагрузки (приложенной к индентору) к площади отпечатка. Недостатком такого подхода является то, что отпечаток измеряется после испытаний, т. е. теряется информация о механическом поведении материала в процессе испытаний. Поэтому для определения физико-механических свойств материалов широко применяется метод испытаний на твердость по глубине отпечатка. Во время таких испытаний регистрируется зависимость перемещения алмазного индентора от нагрузки как при ее увеличении, так и при ее уменьшении. Перемещение индентора замеряется со сверхвысокой точностью, что позволяет проводить испытания при малых нагрузках и небольших глубинах отпечатка. В результате отпадает необходимость в трудоемком ненадежном измерении размеров отпечатка, полученного при малых нагрузках на индентор. Информация о глубине отпечатка под нагрузкой позволяет исключить влияние упругого восстановления на величину твердости. Твердость, измеренная по невосстановленному отпечатку с регистрацией его глубины под нагрузкой (невосстановленная твердость), не равна твердости, измеренной по восстановленному (разгруженному) отпечатку с помощью микроскопа (восстановленная твердость).

Теоретические основы метода определения твердости и модуля упругости по результатам индентирования. Развитие метода испыта-

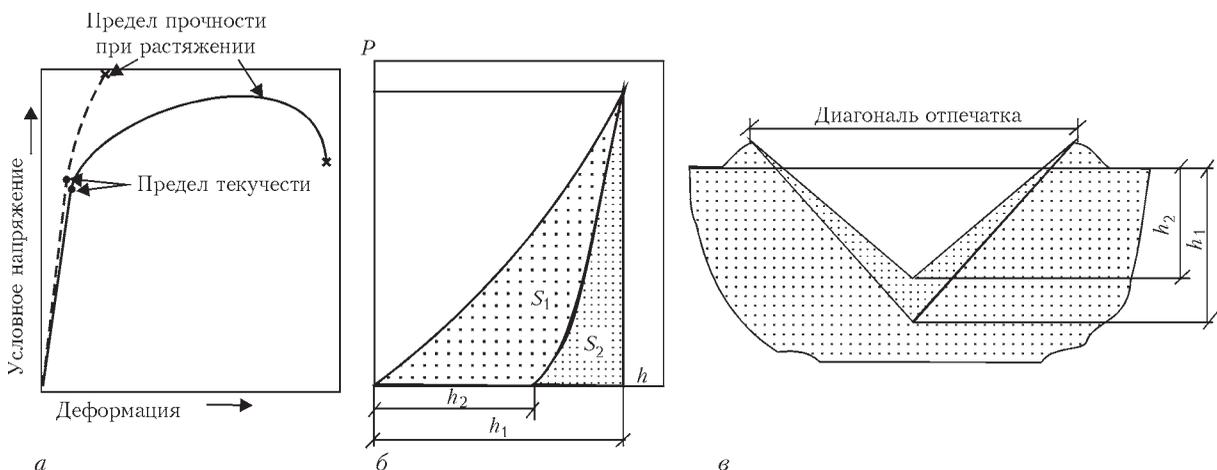


Рис. 3. Диаграмма «напряжение–деформация» при испытании на предел прочности (а) и диаграмма «нагружение–разгрузка» (б) при индентировании; в – профиль отпечатка индентора в материале

ния непрерывным вдавливанием индентора качественно можно сравнить с развитием испытания на растяжение [4], когда был сделан переход от простого испытания на разрыв к регистрации непрерывной диаграммы «напряжение–деформация» (рис. 3, а). По сути, диаграмма «нагрузка–разгрузка» (рис. 3, б) представляет собой работу, затраченную индентором на преодоление сопротивления материала (площадь под ветвью нагружения S_1), и работу, затраченную материалом на восстановление своих свойств (площадь под ветвью разгрузки S_2).

Таким образом, твердость рассчитывается по первой ветви диаграммы – зависимости глубины внедрения индентора от нагрузки, – а так как процесс разгрузки индентора является упругим, по кривым разгрузки определяется модуль упругости.

Современный анализ диаграммы внедрения индентора основан на решении Снеддона задачи об упругом контакте индентора с плоской поверхностью, которое связывает нагрузку, упругое перемещение индентора и площадь контакта любого штампа, который может быть описан как тело вращения. Это решение можно записать в следующем виде:

$$P = \alpha h^m,$$

где h – упругое перемещение индентора; α и m – константы.

Значения показателя экспоненты удалось вычислить только для некоторых симметричных штампов, в частности, для плоского цилиндра $m = 1$, для острого конуса $m = 2$, для сферы в пределе малых перемещений и для параболоида вращения $m = 1,5$. Основываясь на решении Снеддона для кривой упругой разгрузки как осесимметричных, так и пирамидоидальных штампов, запишем:

$$S = dP/dh = 2/\sqrt{\pi} E_r \sqrt{A}.$$

Здесь $S = dP/dh$ – экспериментально измеренная жесткость верхней части кривой разгрузки; A – площадь проекции упругого контакта; E_r – приведенный модуль упругости, который задается следующим уравнением:

$$1/E_r = ((1 - \nu^2)/E) + ((1 - \nu_i^2)/E_i),$$

где E и ν – модуль упругости и коэффициент Пуассона для образца; ν_i и E_i – эти же параметры для индентора.

Для нахождения твердости и модуля упругости образца по результатам испытания с записью диаграммы нагружения индентора необходимо знать площадь проекции отпечатка. Площадь проекции можно вычислить по глубине отпечатка при максимальной нагрузке. Но проблема заключается в том, что прибор измеряет не глубину отпечатка, а перемещение индентора h , которое является суммой двух слагаемых:

$$h = h_c + h_s, \quad (1)$$

где h_c – глубина отпечатка; h_s – упругий прогиб поверхности образца на краю отпечатка.

Следовательно, чтобы найти глубину отпечатка, необходимо сначала найти упругий прогиб поверхности образца в месте контакта. В работе [2] для нахождения величины упругого прогиба авторы использовали решение Снеддона. Они показали, что при максимальной нагрузке упругий прогиб поверхности образца на краю отпечатка будет:

$$h_s = \varepsilon P_{\max} / S, \quad (2)$$

где $\varepsilon = 1$ для случая плоского штампа, для параболоида вращения $\varepsilon = 0,75$, а для острого конуса $\varepsilon = 0,72$.

Жесткость контакта S определяется по кривой разгрузки индентора, поэтому глубину отпечатка при максимальной нагрузке на индентор можно найти из уравнений (1) и (2).

Теперь, зная глубину контакта, можно найти площадь проекции отпечатка A . Для идеально острого индентора Берковича

$$A = 24,5 (h_c)^2.$$

Найдем модуль упругости образца:

$$E = \sqrt{\pi} (dP/dh) / \left(2\sqrt{(24,5 h_c^2)} \right)$$

и твердость по глубине отпечатка под максимальной нагрузкой:

$$H = P_{\max} / A.$$

Таким образом, по диаграмме внедрения индентора определяется величина нанотвердости материалов по методу Оливера и Фарра.

Оценка степени упрочнения материалов по результатам индентирования. Отношение твердости материала H к его модулю упругости Юнга E (H/E) удобно применять для быстрой и эффективной оценки степени упрочнения материалов. Величина H/E характеризует способность материала изменять свою форму и размер в процессе деформации, а также может служить качественной сравнительной характеристикой сопротивления материалов деформации при механическом нагружении и таким образом, отображать его структурное состояние: $H/E < 0,04$ – крупнокристаллические металлы и сплавы; $H/E \approx 0,05 \dots 0,09$ – мелкокристаллические и наноматериалы, интенсивно-деформированные, мультифазовые, керамика, покрытия, пленки; $H/E \geq 0,1$ – аморфное или аморфно-кристаллическое состояние материала.

Примеры исследования материалов с особыми свойствами. Индентирование позволяет исследовать материалы с тонкой структурой, локальным градиентом свойств, материалы в состоянии интенсивной пластической деформации или после термического воздействия, сверхтвердые, хрупкие, эластичные, а также материалы с ячеистой

структурой, физико-механические свойства которых невозможно определить иными способами [5, 6].

Хрупкие материалы. Так, в исследуемом образце детского зуба премоляра (рис. 4) поверхность области «Эмаль 1» (цилиндрическая плоскость между соседними зубами) и более чем в два раза тверже по сравнению с более изношен-

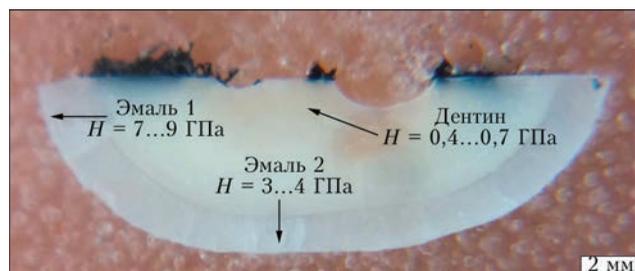


Рис. 4. Распределение твердости в основных зонах горизонтального среза детского зуба премоляра [7, 8]

ной и поврежденной внешней областью «Эмаль 2». Дентин на порядок мягче эмали.

Сверхэластичные материалы. Упругое восстановление таких сверхупругих материалов, как углерод-углеродный композит, чаще всего не позволяет оптически зафиксировать отпечатки (рис. 5, а) на углеродном волокне и в матрице, поэтому исследовать локальные свойства таких материалов можно только индентированием с записью диаграммы и автоматическим расчетом значений твердости и модуля упругости. Типичная диаграмма индентирования сверхэластичных материалов (рис. 5, б) – это ветвь диаграммы разгрузки, которая почти повторяет ветвь нагрузки, что характеризует восстанавливаемость изначальной формы материала.

Материалы с ячеистой структурой. На рис. 6 показан способ определения физико-механиче-

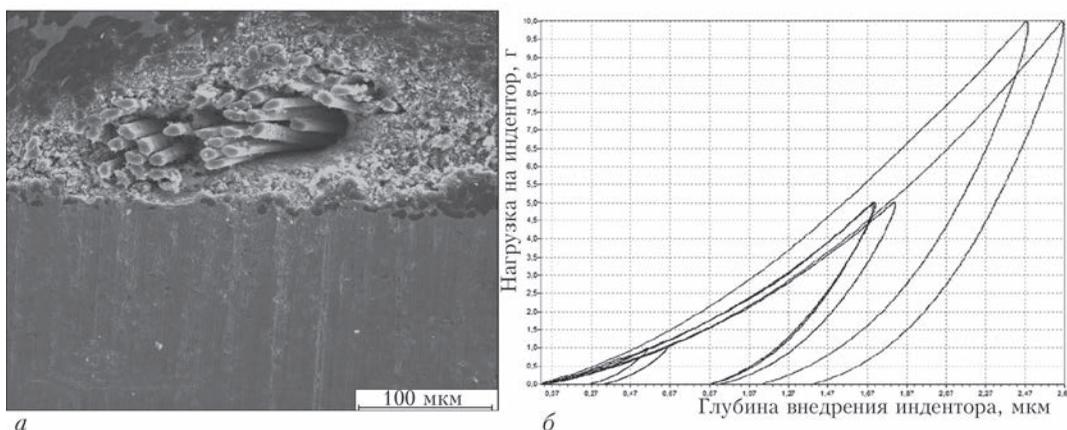


Рис. 5. Микроструктура углерод-углеродного композита (а) и диаграммы его индентирования при нагрузках 1; 5 и 10 г (б)

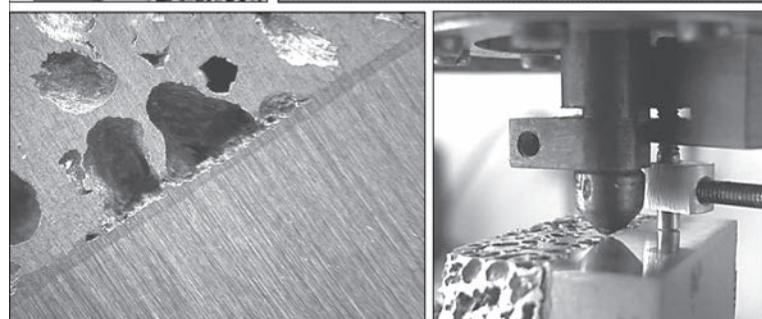
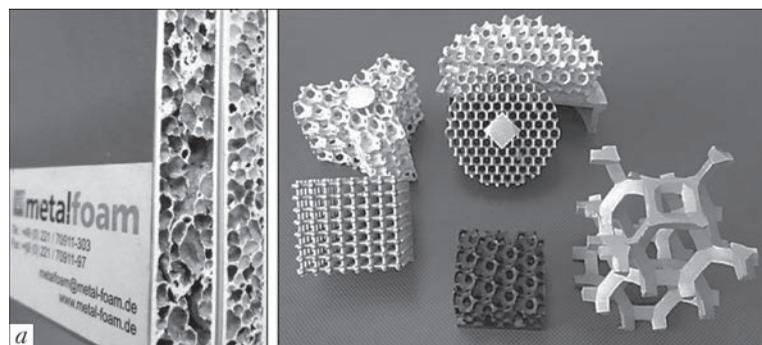


Рис. 6. Ячеисто-пористые материалы (а) и испытания образца биметаллического соединения пористый + монолитный сплав (б)

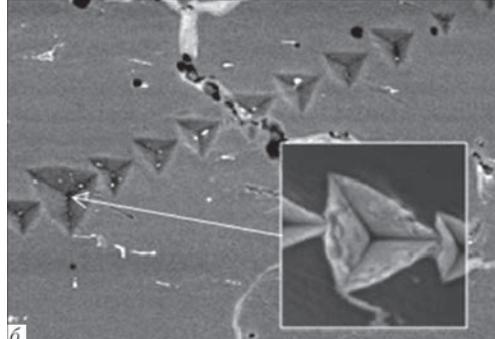
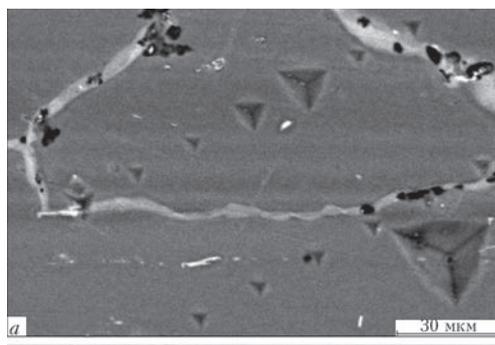


Рис. 7. Отпечатки индентора Берковича поперек зерна микроструктуры алюминиевого сплава

ских свойств ячеисто-пористых материалов на примере индентирования приконтактной зоны биметаллического диффузионного соединения пористого сплава с монокристаллическим.

Материалы с локальным градиентом химических свойств. Прибор «Микрон-гамма» при

стандартной для алюминиевых сплавов нагрузке на индентор 20 г и шагом индентирования 30 мкм позволяет фиксировать градиент изменения механических свойств во внутризеренной области микроструктуры (рис. 7, а) и находить объекты структуры в твердо-жидком состоянии (рис 7, б).

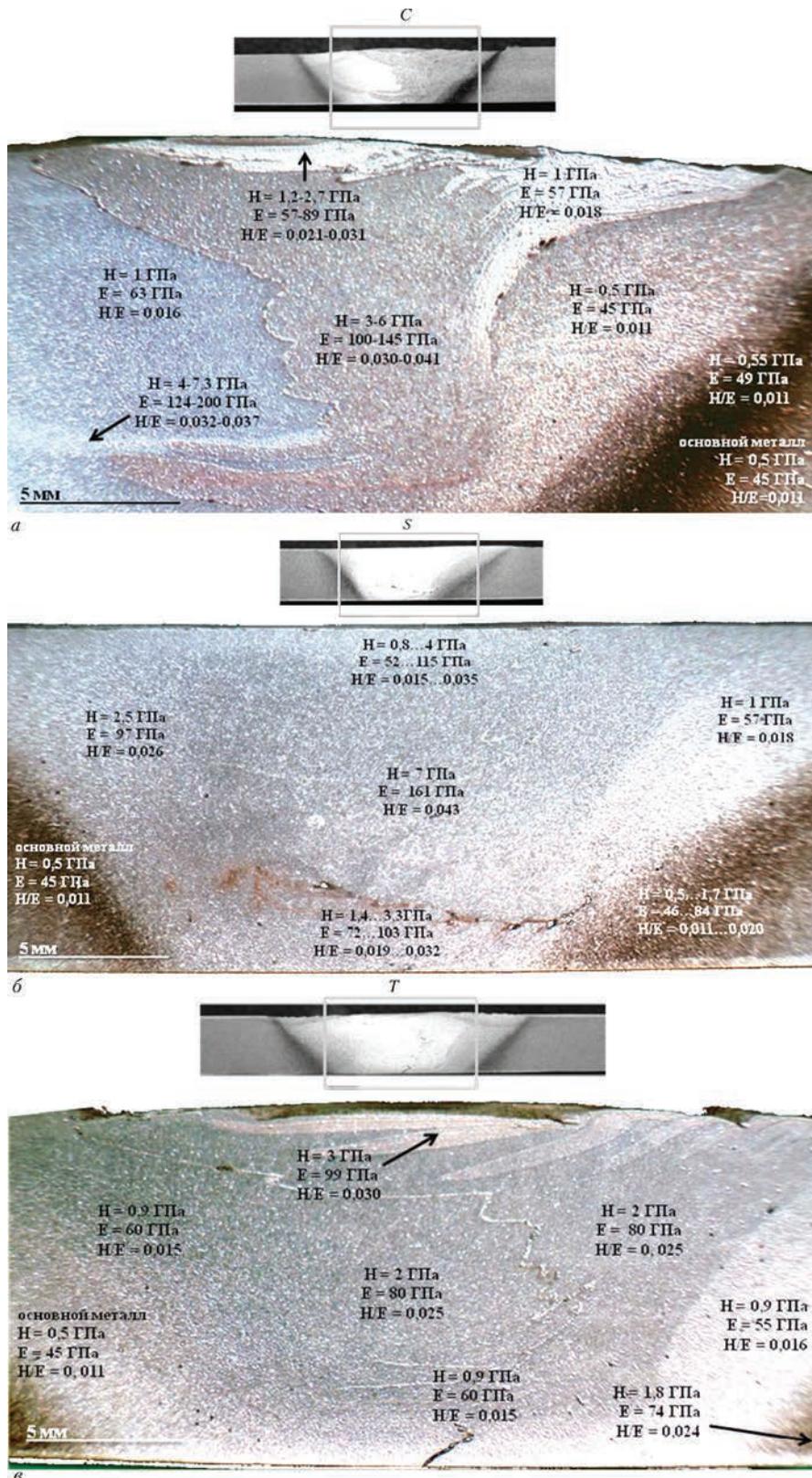


Рис. 8. Сварные швы, полученные сваркой трением с перемешиванием с использованием различных типов наконечников: а – С; б – S; в – Т

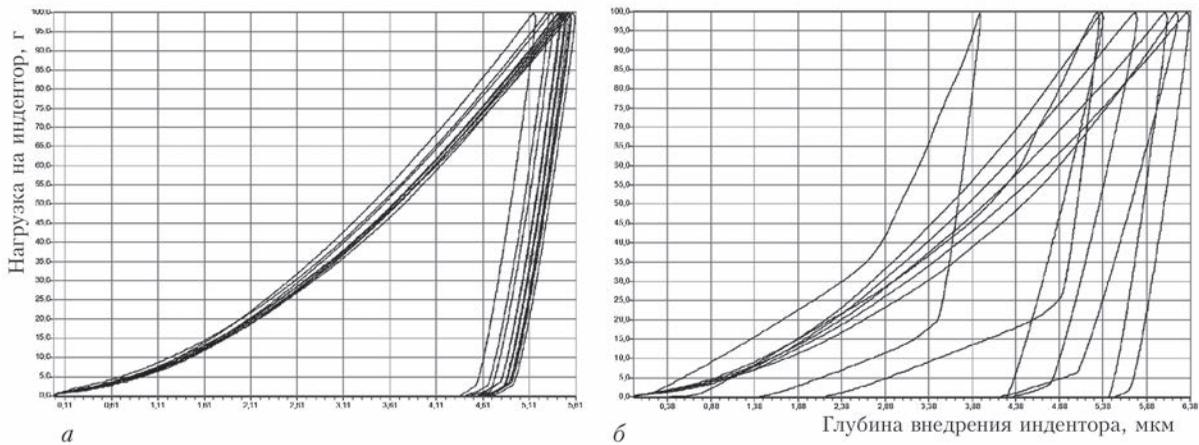


Рис. 9. Диаграммы индентирования основного металла (а) и нижней части ядра сварного шва, полученного с использованием наконечника Т типа (б)

Градиентные зоны в состоянии интенсивной пластической деформации. С макронагрузкой на индентор (100 г) были протестированы стыковые сварные швы алюминиевых листов толщиной 8 мм, полученные сваркой трением с перемешиванием и с использованием различных по форме типов наконечников (рис. 8): С – конусного; S – цилиндрического; Т – с пазами. Определены локальные зоны ядра сварных швов, полученных при использовании наконечников С и S типа с приближенным к наноразмерному измельчению структуры в результате интенсивной скручивающей деформации – соотношение H/E более 0,04. На рис. 9 показано различие в диаграммах индентирования основного металла и зоны под ядром сварного шва, полученного при использовании наконечника Т типа.

Выводы

Индентирование является наиболее точным, теоретически и экспериментально подтвержденным и стандартизированным методом определения микротвердости и модуля упругости Юнга для исследования физико-механических свойств материалов с тонкой структурой и локальным градиентом свойств, материалов в состоянии интенсивной пластической деформации или после термического воздействия, а также сверхтвердых, сверххрупких и сверхэластичных материалов, механические свойства которых невозможно определить иными способами. Во время испытаний регистрируется зависимость глубины внедрения индентора от нагрузки как при увеличении нагрузки, так и при ее уменьшении, что позволяет получить значения невозстановленной твердости и исключает влияние упругого восстановления материала на фактическое значение микротвердости. Отношение твердости материала к его модулю упругости удобно применять для быстрой и эффективной оценки степени упрочнения или разупрочнения материалов.

Список литературы

1. Kazuhisa Miyoshi. NASA/TM-2002-211497 Surface Characterization Techniques: An Overview. (2002) P. 12–22.
2. Oliver W. C., Pharr G. M. An Improved technique for determining the hardness and elastic modulus using load displacement sensing indentation experiments // J. Mater. Res. – 1992. – № 7. – P. 1564–1583.
3. Nano indenters from micro star technologies. Revision 2.3. P.9. (<http://www.microstartech.com/index/NANOINDENTERS.pdf>).
4. Верификация определения модуля Юнга с помощью микроскопической системы «Микрон-гамма» / Хохлова Ю. А. и др. // Техн. диагностика и неразруш. контроль. – 2009. – №1. – С. 30-32.
5. Ищенко А. Я., Хохлова Ю. А. Оценка механических свойств микроструктурных объектов сварных соединений // Автоматическая сварка. – 2009. – № 1. P. 44–47.
6. Nanoindentation of micro weld formed through thin nanolayered filler / J. Khokhlova et al. // Nanomechanical analysis of high performance materials. – Solid mechanics and its applications. Springer book. – 2014. – Vol. 203. – P. 251–262.
7. Сороченко Г. В. Вивчення механічних властивостей емалі постійних зубів в період вторинної мінералізації методом наноіндентування // Вісник наукових досліджень. – 2015. – № 4. – С. 81–83.
8. Сороченко Г. В. Дослідження змін нанотвердості емалі постійних зубів в період вторинної мінералізації під впливом різних за складом засобів екзогенної профілактики карієсу // The scientific heritag. – 2016. – № 6(6). – С. 36–42.

References

1. Kazuhisa Miyoshi. NASA/TM-2002-211497 Surface Characterization Techniques: An Overview. (2002) P. 12–22. (rezhim dostupa: <http://ntrs.nasa.gov/archive/nasa/casi.ntrs.nasa.gov/20020070606.pdf>).
2. Oliver W. C., Pharr G. M. An Improved technique for determining the hardness and elastic modulus using load displacement sensing indentation experiments // J. Mater. Res. – 1992. – № 7. – P. 1564–1583.
3. Nano indenters from micro star technologies. Revision 2.3. P.9. (<http://www.microstartech.com/index/NANOINDENTERS.pdf>).
4. Verification of Young modulus measurement by nanoindenter «Micron-gamma» / Yu. A. Khokhlova et al. // Tekh. Diagnost. i Nerazrush. Kontrol – 2009. – № 1. – P. 30–32. [in Russian].
5. Ishchenko A. Ya., Khokhlova Yu. A. Evaluation of mechanical properties of microstructural constituents of welded joints // The Paton Welding Journal. – 2009. – № 1. – P. 34–37. [in Russian].
6. Nanoindentation of micro weld formed through thin nanolayered filler / J. Khokhlova et al. // Nanomechanical analysis of high performance materials. – Solid mechanics and its applications. Springer book. – 2014. – Vol. 203. – P. 251–262.
7. Sorochenko H. V. Vyvchennia mekhanichnykh vlastyvoستي emali postiinykh zubiv v period vtorynnoi mineralizatsii

sii metodom nanoindentuvannia // Visnyk naukovykh doslidzhen. – 2015. – № 4. – S. 81–83. [in Ukrainian].

8. Sorochenko H. V. Doslidzhennia zmin nanotverdosti emali postiinykh zubiv v period vtorynnoi mineralizatsii pid vplyvom riznykh za skladom zasobiv ekzohennoi profilaktyky kariiesu // The scientific heritag. – 2016. – № 6(6). – S. 36–42. [in Ukrainian].

Ю. А. ХОХЛОВА, Д. А. ИЩЕНКО, М. А. ХОХЛОВ

ІЕЗ ім. Є. О. Патона НАН України. 03680, м.Київ-150, вул. Казимира Малевича, 11. E-mail: office@paton.kiev.ua

ІНДЕНТУВАННЯ ВІД МАКРО- ДО НАНОМЕТРОВОГО РІВНЯ І ПРИКЛАДИ ДОСЛІДЖЕННЯ ВЛАСТИВОСТЕЙ МАТЕРІАЛІВ З ОСОБЛИВОЮ СТРУКТУРОЮ

Індентування є найбільш точним, теоретично і експериментально підтвердженим стандартизованим методом визначення фізико-механічних властивостей мікро- і нанометрового рівня для матеріалів з тонкою структурою, локальним градієнтом властивостей, матеріалів в стані інтенсивної пластичної деформації або після термічного впливу, а також надтвердих, крихких і еластичних матеріалів, механічні властивості яких неможливо визначити іншими способами. Методологія визначення прецизійними засобами розробляється в рамках перспективного наукового напрямку, який можна назвати механікою нанотестування. Бібліогр. 8, рис. 9.

Ключові слова: фізико-механічні властивості, наноіндентування, мікроіндентування, твердість, модуль пружності Юнга, зміцнення

Yu. A. KHOKHLOVA, D. A. ISHCENKO, M. A. KHOKHLOV

E. O. Paton Electric Welding Institute of the NAS of Ukraine, 11 Kazimir Malevych str., 03680, Kiev. E-mail: office@paton.kiev.ua

INDENTATION FROM MACRO TO NANO AND EXAMPLES OF STUDIES OF THE PROPERTIES OF MATERIALS WITH SPECIAL STRUCTURE

Indentation is the most accurate, theoretically and experimentally confirmed standardized method for determination of physical and mechanical properties on micro- and nanometer level for materials with a fine structure, local gradient of properties in the state of intensive plastic deformation or after thermal impact, as well as superhard, brittle and elastic materials, mechanical properties of which cannot be determined by other processes. Methodology of determination by precision means is developed within a promising research field, which can be called nanotesting mechanics. 8 References, 9 Figures.

Keywords: physico-mechanical properties, nanoindenting, micro-indenting, hardness, Young's modulus of elasticity, strengthening

Поступила в редакцію
19.12.2016

Ежегодная конференция-выставка «НЕРАЗРУШАЮЩИЙ КОНТРОЛЬ-2017».

«Ассоциация «ОКО», 17–18 мая 2017 г.

Конференция нацелена на работу по обмену информацией о достижениях в области средств неразрушающего контроля, методических разработок, а также на определение перспективных путей сотрудничества при создании новой техники и технологий, установление деловых и коммерческих контактов. Участники конференции смогут ознакомиться с новыми достижениями и наработками по НК по следующим направлениям:

● Железная дорога (вагонное, локомотивное и путевое хозяйство) ● Атомная энергетика, тепловая энергетика ● Нефтегазовая отрасль и трубопроводный транспорт ● Авиастроение и техническое обслуживание летательных аппаратов ● Металлургия ● Машиностроение ● Организация обучения и сертификации персонала по НК металла в соответствии с международными стандартами.

На специализированной выставке будут представлены приборы и установки НК, разработанные и произведенные предприятиями «Ассоциации «ОКО»: НПФ «Ультракон-сервис», НПФ «Промприлад», УкрНИИ НК (Украинским научно-исследовательским институтом неразрушающего контроля).

Приглашаем Вас посетить конференцию-выставку «Неразрушающий контроль-2017». Участники конференции смогут принять участие в обсуждении докладов, выступить с сообщениями по актуальным проблемам НК.

Место проведения конференции: г. Киев, ул. Набережно-Луговая, 8.

По вопросам участия просим обращаться в оргкомитет:

Тел./факс: (044) 531-37-27, 531-37-26

Тел.моб.: +38 (067) 858-98-53, +38 (097) 975-99-90

www.ndt.com.ua/conf

E-mail: lia-lia_2004@mail.ru, vvkorni@ndt.com.ua