

УДК 620.178.152

ДИАГНОСТИКА МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МАТЕРИАЛОВ ПО ДИАГРАММАМ ИНДЕНТИРОВАНИЯ НА РАЗНЫХ МАСШТАБНЫХ УРОВНЯХ

© В. М. Матюнин, А. Ю. Марченков, П. В. Волков, А. Н. Демидов¹

Статья поступила 25 июля 2014 г.

Рассмотрены способы и приборы для определения механических свойств материалов по диаграммам индентирования вдавливанием и царапанием. Показаны возможности и преимущества методов индентирования на разных масштабных уровнях деформируемого объема. Разработана новая методика определения твердости по диаграмме вдавливания пирамиды. Отмечены области эффективного применения методов индентирования в диагностике механических свойств материалов.

Ключевые слова: индентирование; диаграммы индентирования; механические свойства; масштабный эффект; диагностика материалов.

Индентирование с давних пор применяется для определения твердости и других механических свойств материалов. В общем виде методы индентирования можно разделить на методы вдавливания и царапания. Основное преимущество этих методов заключается в возможности оперативного определения механических свойств материалов не только на микрошлифах,

но и на готовых изделиях без изготовления из них образцов. В некоторых случаях эти методы являются единственно пригодными для определения механических свойств малого объема материала, из которого невозможно изготовить образцы для механических испытаний (малые пробы, сколы, зоны концентрации напряжений, отдельные структурные составляющие, покрытия, пленки и др.). При разработке новых материалов с высокими физико-механическими свойствами

¹ Национальный исследовательский университет «Московский энергетический институт», e-mail: MatiuninVM@mpei.ru

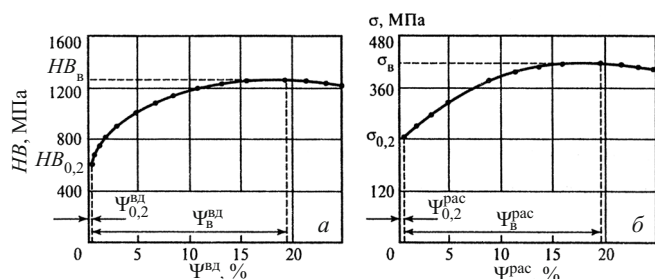


Рис. 1. Диаграммы вдавливания (а) и растяжения (б) стали 20 в области пластической деформации

ми эти методы позволяют оперативно выполнять их диагностику на микрошлифах в целях выбора оптимальных химсостава, структуры, режимов обработки.

Новый этап в развитии методов индентирования начался во второй половине XX века, когда стали разрабатываться приборы и способы для получения диаграмм вдавливания и царапания. Это позволило определять не только характеристики твердости, но и такие физико-механические характеристики материалов, как модуль нормальной упругости, пределы упругости и текучести, временное сопротивление, предельная равномерная деформация и др. [1–2].

Ниже кратко изложены данные методы, показаны их возможности, а также описаны специальные приборы на примере разработок, выполненных в лабораториях кафедры технологии металлов НИУ «МЭИ», а также за рубежом.

Как показали исследования, выполненные в НИУ МЭИ, использование сферического индентора для получения диаграмм вдавливания более перспективно, чем применение инденторов другой формы (пирамида, конус и др.). Объяснить это можно тем, что при вдавливании сферического индентора с увеличением глубины возрастает также средняя контактная деформация $\Psi_{вд}$. Это дает возможность получить диаграмму вдавливания одним индентором в координатах контактное напряжение — контактная деформация. При вдавливании пирамиды или конуса для достижения разных значений контактной деформации необходимо использовать набор таких инденторов с разными углами при вершине. Между диаграммами вдавливания и растяжения установлена аналогия, а наличие на них общих физических зон и точек, соответствующих разным стадиям упругопластической деформации, позволяет обоснованно установить связь между характеристиками прочности и твердости при условии равенства деформаций при растяжении ($\Psi_{рас}$) и вдавливании ($\Psi_{вд}$). Так, например, разработана методика определения предела текучести $\sigma_{0,2}$ по твердости на пределе текучести $HB_{0,2}$ при относительной остаточной деформации $\Psi_{0,2}^{вд} = \Psi_{0,2}^{рас} = 0,002$ [1]. Аналогично разработана методика определения временного сопротивления $\sigma_{в}$ по твердости на пределе прочности $HB_{в}$, соответствующей максимуму диаграммы вдавли-

вания, при значениях $\Psi_{вд} = \Psi_{рас}$, близких к предельной равномерной деформации [2]. В случае совпадения значений $HB_{в}$ и HB значение $\sigma_{в}$ можно приближенно рассчитать по HB , что уже давно применяют на практике. Эти методики регламентированы ГОСТ 22761–77 и ГОСТ 22762–77, разработанными в МЭИ.

На рис. 1 представлены диаграмма вдавливания в координатах текущее напряжение HB — текущая деформация $\Psi_{вд}$ и диаграмма растяжения в координатах σ — $\Psi_{рас}$ для стали 20 в области пластической деформации. На диаграмме вдавливания отмечены точки с координатами $HB_{0,2}^{вд} - \Psi_{0,2}^{вд}$ и $HB_{в} - \Psi_{в}^{вд}$, а на диаграмме растяжения — точки с координатами $\sigma_{0,2} - \Psi_{0,2}^{рас}$ и $\sigma_{в} - \Psi_{в}^{рас}$. Из диаграмм видно, что значения $\Psi_{вд}$ и $\Psi_{в}^{рас}$ практически совпадают.

Для реализации предложенных методик в МЭИ создано несколько типов переносного прибора МЭИ-Т. Один из них — МЭИ-Т7 — аттестован и разрешен к производству и применению на предприятиях страны. Этим прибором можно контролировать не только HB , $\sigma_{0,2}$, $\sigma_{в}$, но и микроструктуру металла непосредственно на деталях и конструкциях с помощью встроенного микроскопа. В настоящее время этот прибор модернизирован и позволяет выполнять микроиндентирование при нагрузках вдавливания менее 1 кГ. Кроме того, прибор снабжен столами и приспособлениями для жесткого крепления к деталям различной конфигурации (трубам, валам, шпилькам, металлопрокату и др.). Имеется положительный опыт применения методик и прибора для определения механических свойств металла деталей и конструкций в машиностроении, теплоэнергетике, нефтегазохимии и других отраслях промышленности. Особенно эффективно использование методик и прибора для контроля механических свойств и микроструктуры металла в локальных потенциально опасных местах изделий (сварных соединениях, зонах наклепа и др.), находящихся длительное время в эксплуатации, в целях оценки остаточного ресурса и предотвращения аварийных ситуаций.

На рис. 2 представлен переносной прибор МЭИ-Т7 в процессе контроля механических свойств и микроструктуры металла трубопровода, ротора турбины, металлопроката.

Для автоматизированного экспресс-анализа механических свойств материалов на микрошлифах или на небольших деталях создан прибор МЭИ-ТА. Методика испытаний основана на регистрации диаграмм непрерывного вдавливания сферического индентора в упругопластической области деформирования в координатах нагрузка F — упругопластическое сближение α . Диаграмма содержит ветви нагружения и разгрузки, что позволяет разделить упругую и пластическую составляющие общей деформации при вдавливании и учесть упругое сжатие индентора [2].



Рис. 2. Прибор МЭИ-T7 при контроле металла трубопровода (а), ротора турбины (б) и металлоконструкции (в)

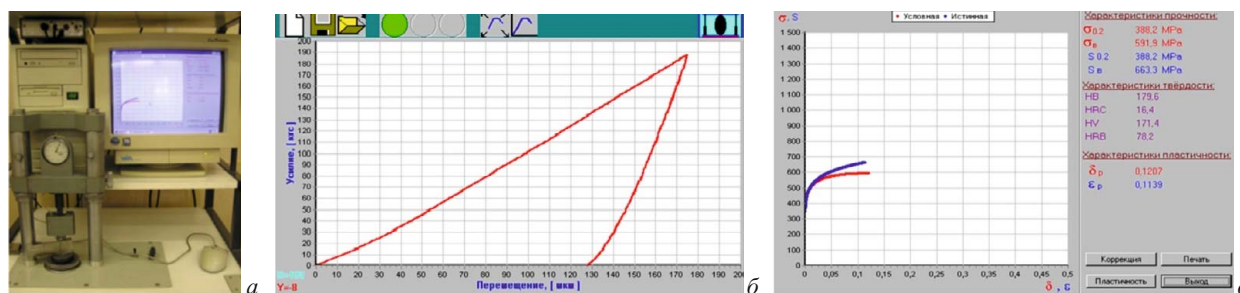


Рис. 3. Общий вид прибора МЭИ-TA (а), диаграмма вдавливания (б) и преобразованные из нее диаграммы растяжения с результатами определения механических свойств (в)

На рис. 3 показаны общий вид прибора МЭИ-TA, диаграмма вдавливания $F - a$ и преобразованные из нее диаграммы растяжения в условных $\sigma - \delta$ и истинных $S - \epsilon$ координатах для стали 15X1M1Ф. Справа от диаграмм растяжения представлены механические свойства: $\sigma_{0.2}$; σ_b ; S_b ; δ_p ; ϵ_p ; HB; HV; HRC; HRB. Значение HB определено прямым способом, а HV, HRC, HRB рассчитаны по корреляционным связям с HB. Весь процесс однократного индентирования с регистрацией диаграммы вдавливания, получением диаграмм растяжения и механических свойств занимает не более 3 мин.

Благодаря высокой производительности испытаний данную методику можно применять при массовом контроле механических свойств однотипных заготовок или деталей. Чтобы выявить распределение механических свойств в локальных зонах сварного соединения (основном металле, зоне термического влияния, металле шва), регистрируют диаграммы вдавливания в заданных точках этого соединения.

Выше были представлены диаграммы вдавливания при макроиндентировании материалов сферическим индентором. Однако не менее известны и диаграммы непрерывного вдавливания при микроиндентировании пирамидой [3]. С развитием наноматериаловедения и нанотехнологий появилась необходимость определения механических свойств не только на микро-, но и на наноуровне деформируемого объема. В последние годы разработаны приборы и методики для регистрации диаграмм вдавливания на нано-

уровне деформируемого объема с определением твердости [4, 5]. Однако при переходе на микро- и наноуровень в сильной мере проявляется влияние масштабного эффекта, приводящее к резкому увеличению определяемых значений твердости. Анализ причин проявления масштабного эффекта при микроиндентировании приведен в работе [6]. Среди этих причин, прежде всего, следует отметить увеличение поверхностной энергии и скорости деформации, изменение механизма пластической деформации, состояние тонкого поверхностного слоя и др. По нашему мнению, основополагающим масштабным фактором в проявлении масштабного эффекта является величина деформируемого объема материала. Этот объем может изменяться на 10 и более порядков при переходе от макро- к микро- и тем более к микроиндентированию [7].

В 2011 г. в нашей стране введен в действие ГОСТ Р 8.748–2011 «Металлы и сплавы. Измерение твердости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании. Часть 1. Метод испытаний». Он адаптирован к международному стандарту ISO 14577-1:2002, в котором под инструментальным индентированием понимается индентирование пирамидой с регистрацией диаграммы вдавливания в координатах нагрузка F — глубина вдавливания h . При применении данного метода макро-, микро-, нанодиапазоны индентирования составляют $2 \text{ Н} < F \leq 30 \text{ кН}$; $F < 2 \text{ Н}$; $h > 0,2 \text{ мкм}$; $h \leq 0,2 \text{ мкм}$ соответственно.

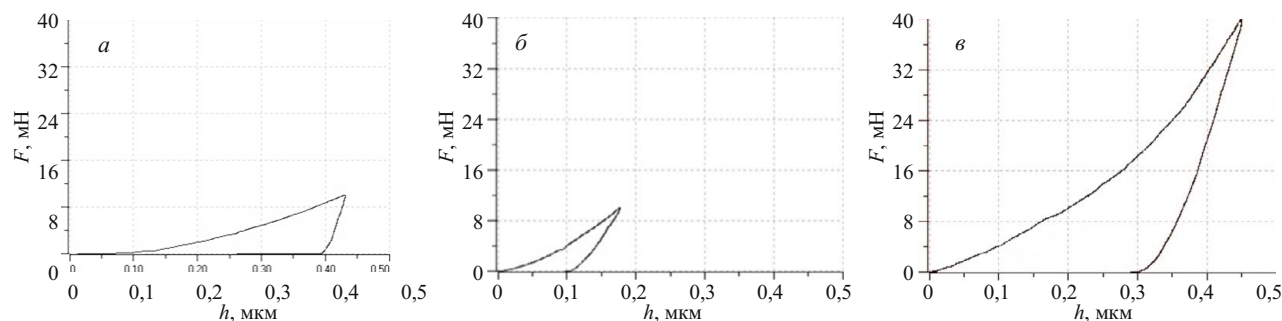


Рис. 4. Диаграммы вдавливания нагрузка F — перемещение индентора h : а — мягкая плитка ($F_{\max} = 10$ мН, $h_{\max} = 0,43$ мкм); б — твердая плитка ($F_{\max} = 10$ мН, $h_{\max} = 0,18$ мкм); в — твердая плитка ($F_{\max} = 40$ мН, $h_{\max} = 0,45$ мкм)

Согласно существующей методике определения твердости по диаграмме вдавливания пирамиды Виккерса или Берковича нагружение индентора выполняется до заданной нагрузки $F_{\max}$, после чего происходит выдержка под этой нагрузкой, а затем — полная разгрузка. Однако в этом случае при одном значении $F_{\max}$ для мягкого и твердого материалов деформируемые объемы могут сильно различаться, а само индентирование может происходить на разных масштабных уровнях. Поэтому влияние масштабного эффекта при индентировании мягкого и твердого материалов будет различно, что не позволяет обоснованно сравнивать значения их твердости или твердость одного и того же материала после различных способов упрочнения. В связи с этим предлагаем методику определения твердости по диаграммам вдавливания пирамиды не при заданной нагрузке вдавливания, а при заданной глубине отпечатка. Учитывая, что объем отпечатка V , полученного вдавливанием пирамиды, однозначно зависит от его глубины h , можно считать, что при $h = \text{const}$ этот объем будет постоянным для мягкого и твердого материалов.

Согласно нашим исследованиям существует однозначная связь между объемом отпечатка и всем деформированным объемом материала вокруг отпечатка. Поэтому одинаковая глубина внедрения пирамиды приводит к равенству объемов отпечатков и равенству деформируемых объемов сравниваемых материалов.

В качестве примера приведем результаты определения твердости двух материалов (мягкого и твердого) по диаграммам микро- и наноиндентирования с использованием существующей и предлагаемой

методик. Покажем, что значение твердости для твердого материала, найденное по существующей методике, значительно выше, чем определенное по предлагаемой. В качестве сравниваемых материалов выбраны две образцовые металлические плитки (меры твердости) — мягкая (113HV5) и твердая (869HV5). Индентирование с регистрацией кинетических диаграмм вдавливания в координатах нагрузка F — перемещение индентора h выполнялось на нанотвердометре Nano Hardness Tester NHT (CSM Instruments, Швейцария). Индентором являлась трехгранная пирамида Берковича. На рис. 4, а, б представлены диаграммы вдавливания для мягкой и твердой плиток при индентировании с одинаковой нагрузкой $F = 10$ мН. Затем было проведено индентирование твердой плитки с увеличением нагрузки $F_{\max}$ до получения того же перемещения $h_{\max}$, что и для мягкой плитки (см. рис. 4, в).

Согласно ГОСТ Р 8.748–2011 твердость, определяемая при инструментальном индентировании пирамидой Берковича, обозначается H_{IT} и рассчитывается по формуле

$$H_{IT} = \frac{F_{\max}}{23,96h_c^2},$$

где $h_c = h_{\max} - \varepsilon F_{\max}/S$ [4], S — контактная жесткость при разгрузке, ε — поправочный коэффициент. При записи числа твердости указывают приложенную нагрузку (Н), время нагружения (с), время выдержки под нагрузкой (с) и время снятия нагрузки (с). Результаты определения твердости H_{IT} для двух сравниваемых плиток, определенные по существующей

Результаты определения твердости вдавливанием пирамиды Берковича для мягкой и твердой контрольных стальных плиток различными способами на микро- и наноуровнях индентирования

Существующий способ								Предлагаемый способ				Δ, %
Мягкая плитка				Твердая плитка				Твердая плитка				
Микроуровень индентирования				Наноуровень индентирования				Наноуровень индентирования				
F , мН	$h_{\max}$, мкм	h_c , мкм	H_{IT} 0,01/30/10/30, МПа	F , мН	$h_{\max}$, мкм	h_c , мкм	H_{IT} 0,01/30/10/30, МПа	F , мН	$h_{\max}$, мкм	h_c , мкм	H_{IT} 0,04/30/10/30, МПа	
10	0,430	0,412	2 459	10	0,180	0,136	22 565	40	0,450	0,371	12 117	86,2

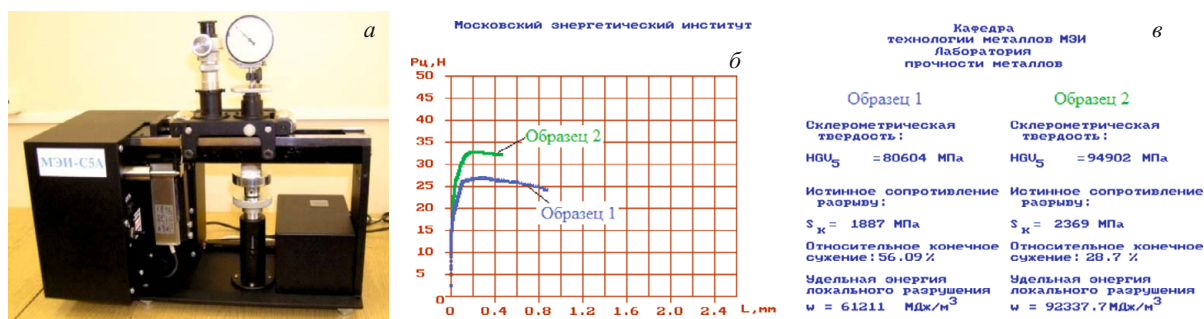


Рис. 5. Внешний вид автоматизированного прибора МЭИ-С5А (а), диаграммы царапания для двух сталей (б) и результаты определения их механических характеристик (в)

($F_{\max} = \text{const}$) и предлагаемой ($h_{\max} = \text{const}$) методикам, представлены в таблице.

Как следует из таблицы, при оценке твердости предлагаемым способом по диаграмме вдавливания ее значение для твердой плитки получается заниженным на 86,2 % по сравнению с H_{IT} , определенной существующим способом. Здесь еще в большей мере проявилось влияние масштабного фактора, так как индентирование твердой плитки существующим способом происходило на наноуровне, а индентирование мягкой плитки — на микроуровне. При этом объем отпечатка на мягкой плитке был больше, чем на твердой плитке, в 13,6 раза. А при использовании предлагаемого способа индентирование мягкой и твердой плиток происходило на одном и том же микроуровне. Поэтому влияние масштабного фактора в этом случае было одинаковым и сравнение значений микротвердости более обоснованным. В связи с этим степень фактического упрочнения тонкого поверхностного слоя материала, обработанного по той или иной технологии, можно достоверно оценить путем использования предлагаемой методики.

Индентирование материалов царапанием имеет свои особенности по сравнению с индентированием вдавливанием. Главная из них состоит в том, что при царапании остроконечным индентором материал доводится до локального разрушения. Это позволяет определить такие параметры при царапании, которые характеризуют предельные характеристики прочности и пластичности испытуемого материала. Однако индентирование с регистрацией диаграмм царапания менее распространено, чем с регистрацией диаграмм вдавливания, и чаще применяется на микро- и наноуровнях с использованием в основном приборов зарубежного производства. Как показали наши исследования, масштабный эффект при царапании проявляется в большей мере, чем при вдавливании. Поэтому разработанная нами методика заключается в регистрации диаграммы царапания при постоянной глубине вдавливания пирамиды для сравниваемых материалов. В этом случае деформируемые объемы материалов близки, а влияние масштабного эффекта так же одинаково, как и при вдавливании индентора на постоянную глубину.

Согласно этой методике все основные стадии упругопластической деформации (вплоть до начала локального разрушения) происходят при увеличении усилия царапания до $F_{\text{ц}}^{\max}$, при котором длина царапины достигает критической длины $L_{\text{ц}}^{\max}$. После этого $F_{\text{ц}}$ немного падает, а потом стабилизируется, если материал однороден по своим свойствам. Неоднородность материала отражается на диаграмме царапания в виде спадов или подъемов $F_{\text{ц}}$.

По диаграмме царапания можно в автоматизированном режиме определить твердость при царапании:

$$HGV_h = F_{\text{ц}}^{\max} / S_{\text{бок}},$$

где HGV — твердость при царапании пирамидой Виккерса; h — индекс, указывающий глубину царапины, мкм; $S_{\text{бок}}$ — боковая контактная поверхность пирамиды.

Диаграмма царапания позволяет также определить в автоматизированном режиме абсолютную $W_{\text{ц}}^{\max}$ и удельную $\omega_{\text{ц}}^{\max}$ энергии локального разрушения при достижении $F_{\text{ц}}^{\max}$ и $L_{\text{ц}}^{\max}$:

$$W_{\text{ц}}^{\max} = \int_0^{L_{\text{ц}}^{\max}} F_{\text{ц}} dL_{\text{ц}}; \quad \omega_{\text{ц}}^{\max} = W_{\text{ц}}^{\max} / V_{\text{ц}}^{\max},$$

где $V_{\text{ц}}^{\max} = S_{\text{бок}} L_{\text{ц}}^{\max}$ — объем царапины.

Твердость при царапании HGV характеризует контактное напряжение, при котором происходит локальное разрушение материала, и поэтому она коррелирует с истинным сопротивлением разрыву образца при растяжении. А критическая длина царапины $L_{\text{ц}}^{\max}$ коррелирует с конечным относительным сужением образца после разрыва Ψ_K^{pac} [2].

Для реализации предложенной методики в нашем институте разработано и создано несколько типов приборов-склерометров МЭИ-С. Один из них — автоматизированный прибор МЭИ-С5А — представлен на рис. 5, а. Этот прибор позволяет регистрировать диаграммы царапания при внедрении индентора на глубину от 1 до 100 мкм, что охватывает микро-, ме-

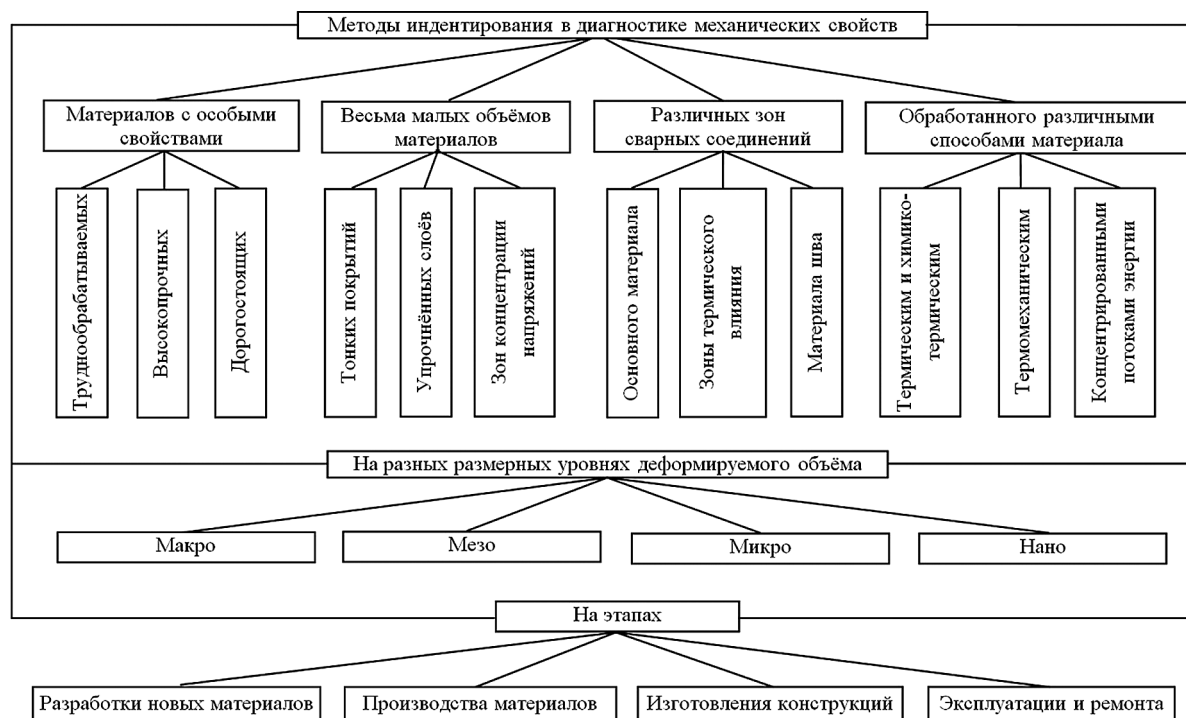


Рис. 6. Области эффективного применения методов индентирования для диагностики механических свойств материалов

зо-, макроуровни индентирования. На рис. 5, б приведены диаграммы царапания для двух сталей, а на рис. 5, в — значения их механических характеристик, определенных в автоматизированном режиме: HGV_5 , S_K , $\Psi_K^{\text{рас}}$, $\omega_{\text{ц}}^{\text{max}}$. Нанося царапины в различных направлениях, можно оценить анизотропию механических свойств испытываемого материала.

Имеется положительный опыт применения методики и прибора для оценки механических свойств покрытий различного назначения и локальных зон сварных соединений. Методика и прибор были удостоены бронзовой медали на Международном салоне инноваций и изобретений в 2013 г. в г. Сеул (Корея).

На рис. 6 показаны области эффективного применения методов индентирования для диагностики механических свойств материалов. Однако методики и технические средства индентирования на разных масштабных уровнях продолжают интенсивно развиваться и, следовательно, возможности и области применения этих методов также будут расширяться.

ЛИТЕРАТУРА

1. Марковец М. П. Определение механических свойств металлов по твердости. — М.: Машиностроение, 1979. — 171 с.
2. Матюнин В. М. Оперативная диагностика механических свойств конструкционных материалов. — М.: Издательский дом МЭИ, 2006. — 216 с.
3. Булычёв С. И., Алёхин В. П. Испытание материалов непрерывным вдавливанием индентора. — М.: Машиностроение, 1990. — 224 с.
4. Oliver W. C., Pharr G. M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology / Mater. Res. Soc. 2004. Vol. 19. N 1. P. 3 – 20.
5. Головин Ю. И. Наноиндентирование и его возможности. — М.: Машиностроение, 2009. — 312 с.
6. Федосов С. А., Пешек Л. Определение механических свойств материалов микроиндентированием. — М.: МГУ им. М. В. Ломоносова, 2004. — 98 с.
7. Матюнин В. М. Размерный эффект и его влияние на механические свойства материалов / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2012. Т. 78. № 2. С. 64 – 68.