

УДК 620.178.15

НОВАЯ МЕТОДИКА ОЦЕНКИ НАНОТВЕРДОСТИ МАТЕРИАЛОВ

© В. И. Мощенок¹, И. В. Дощечкина¹, Н. А. Лалазарова¹, С. В. Демченко²*Статья поступила 4 апреля 2014 г.*

Проведено сравнение различных методов определения нанотвердости материалов — Оливера и Фарра, конечных элементов, идеального и поверхностной нанотвердости. Наиболее распространенный метод Оливера и Фарра дает возможность определять твердость только при максимальной нагрузке на индентор, не учитывает упругую составляющую деформации и отличается значительной сложностью и трудоемкостью. Предложена методика, позволяющая рассчитывать поверхностную нанотвердость во всем диапазоне нагружения индентора. Она пригодна для любых материалов, учитывает упругую и пластическую составляющие деформации, так как расчет проводится по глубине внедрения индентора.

Ключевые слова: нанотвердость; индентор; методы Оливера и Фарра; конечных элементов; идеальный и поверхностной нанотвердости.

В последнее время поверхностный слой рассматривается как самостоятельная подсистема, которая играет определяющую роль в процессе пластической деформации и разрушения материалов в целом.

Поверхность можно активировать многими способами, но оценить ее свойства зачастую сложно. Единственным прямым способом аттестации очень тонких поверхностных слоев и любых других наноразмерных (<100 нм) объемов материала является наноиндентирование.

При измерении нанотвердости стандарт [1] регламентирует глубину внедрения индентора $h \leq 0,2$ мкм. Это предполагает использование нагрузок на индентор в десятых и сотых долях мН и получение отпечатков очень малых размеров. Большие трудности, связанные с точной визуализацией отпечатков и опре-

делением их размеров, не позволяют определять нанотвердость по методу восстановленного отпечатка. Поэтому для оценки свойств материалов в нанобъемах используют метод кинетического индентирования, который предусматривает непрерывное внедрение в исследуемую поверхность под возрастающей нагрузкой пирамидального индентора (Берковича с углом при вершине $65,03^\circ$ или $65,27^\circ$).

Согласно стандарту [1] твердость при непрерывном индентировании (твердость индентирования) определяется по формуле

$$H_{IT} = \frac{F_{\max}}{A_p} = \frac{F_{\max}}{23,96h_c^2}, \quad (1)$$

где $F_{\max}$ — максимальная нагрузка; A_p — площадь проекции контакта индентора с материалом; h_c — глубина контакта индентора с материалом.

¹ Харьковский национальный автомобильно-дорожный университет, г. Харьков, Украина; e-mail: mvi@khadi.kharkov.ua

² НПП «Укринтех», г. Харьков, Украина.

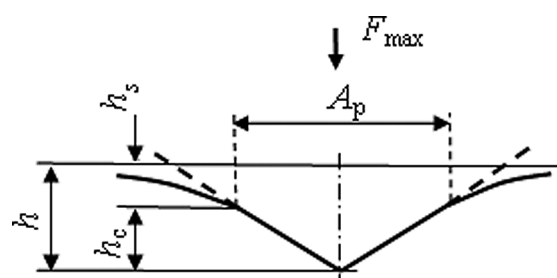


Рис. 1. Схема определения твердости индентирования H_{IT}

Как следует из формулы (1), при расчете H_{IT} используется величина h_c , а нанотвердомеры измеряют перемещение индентора h (рис. 1).

На сегодняшний день для определения h_c применяют три основных метода [2]: метод Оливера и Фарра (модифицированный); метод конечных элементов; идеальный метод.

Метод Оливера и Фарра [3] (ОиФ) впервые появился в 1992 г. и фактически завоевал лидирующие позиции. Чтобы оценить h_c , необходимо знать как общее перемещение индентора h , фиксируемое прибором, так и упругий прогиб поверхности образца на краю контакта h_s (см. рис. 1), который нельзя измерить. По методу Оливера и Фарра для определения h_s следует провести сложные и трудоемкие графоаналитические расчеты контактной жесткости по наклону касательной к разгрузочной части кривой индентирования в максимальной точке. Проверить точность этих данных невозможно, следовательно, и к значению твердости индентирования следует относиться с осторожностью.

Кроме того, метод ОиФ требует обязательной калибровки на двух эталонах перед началом испытаний в широком диапазоне глубин внедрения индентора. Цель калибровки — рассчитать в дальнейшем теоретическую площадь контакта индентора с исследуемым материалом. При расчетах используется только пластическая составляющая деформации, а упругая не учитывается. Поэтому область применения этого метода — упругопластичные и пластичные материалы. Он не пригоден для оценки твердости упругих материалов, контактная площадь поверхности которых с индентором предельно мала и приближается к нулевому значению.

Метод конечных элементов (МКЭ) отличается от метода ОиФ тем, что для построения зависимости площади контакта индентора с материалом фигурирует всего одна кривая индентирования образца-эталона, а остальные данные рассчитываются.

Идеальный метод (ИМ) является разновидностью метода ОиФ и отличается от него тем, что в расчетах используется идеально острый индентор — пирамида Берковича.

На рис. 2 представлены данные определения нанотвердости одного и того же материала тремя методами — ОиФ, МКЭ и ИМ [2].

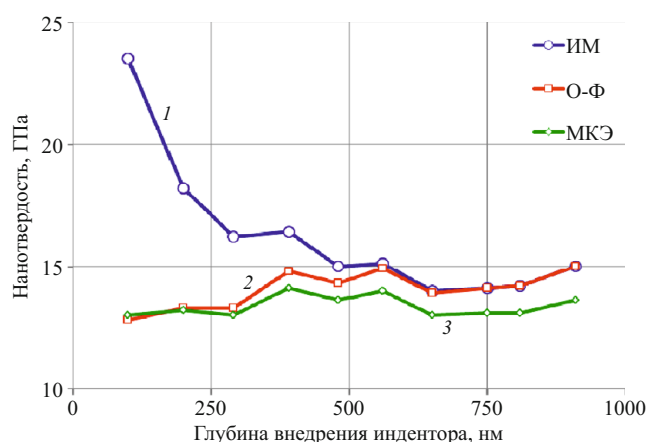


Рис. 2. Зависимости нанотвердости материалов от глубины внедрения индентора, полученные при наноиндентировании быстрорежущей стали [2]: 1 — идеальный метод; 2 — модифицированный метод ОиФ; 3 — МКЭ

Как следует из рис. 2, только идеальная форма пирамиды Берковича дает четко выраженный размерный эффект, что соответствует многочисленным результатам исследований других авторов. При этом на практике пирамида Берковича всегда имеет притупление вершины, монотонно увеличивающееся с ростом числа измерений. Исходя из вышесказанного, можно заключить, что всеми тремя методами можно пользоваться с определенными допущениями, при этом для каждой величины нагрузки необходимо проводить отдельное индентирование, что весьма трудоемко и вызывает погрешности для неоднородных материалов.

Кроме отмеченных трудностей измерения твердости в нанодиапазоне, существуют и другие проблемы, например, фиксация нулевого значения в момент касания индентора поверхности исследуемого образца. Этот момент сложно зафиксировать, поскольку поверхность имеет определенную шероховатость, величина которой по шкале R_a не должна превышать 20 % от максимальной глубины внедрения индентора. Кроме того, сама вершина индентора имеет несовершенную форму, поэтому при наноизмерениях всегда применяют корректировку начальной точки его касания. В момент внедрения индентора в исследуемый образец под максимальной нагрузкой на границе его контакта с материалом могут образовываться как навалы, так и прогибы поверхности, которые трудно, а зачастую практически невозможно оценить методом прямых измерений при наноиндентировании. Поэтому их рассчитывают по сложным и трудоемким методикам, предложенным Оливером и Фарром.

Максимальная глубина внедрения индентора h_{max} (рис. 3), численно равная его перемещению от поверхности образца, непосредственно регистрируется с помощью специального устройства к твердомеру. Вполне логично, что именно эту величину следует принимать в расчетах значений твердости. Однако до сих пор остается непонятным использование в качестве

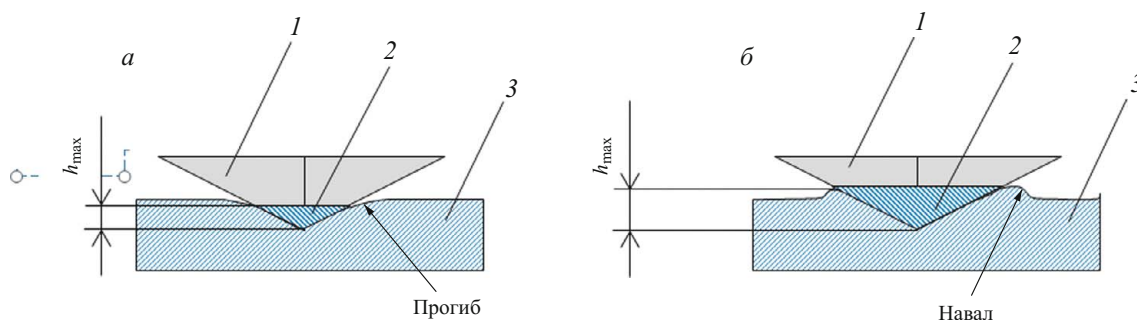


Рис. 3. Схема вдавливания индентора в разные материалы с учетом прогиба (*а*) и навала (*б*) на краю отпечатка: 1 — индентор; 2 — площадь контакта индентора с материалом; 3 — образец; $h_{\max}$ — максимальная глубина контакта индентора с материалом

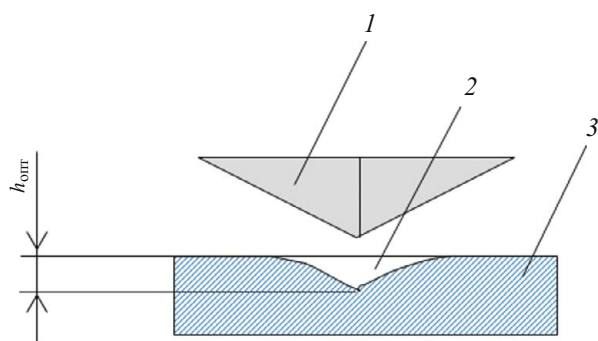


Рис. 4. Схема к расчету твердости по методу восстановленного отпечатка: 1 — индентор; 2 — отпечаток исправленной геометрической формы; 3 — образец; $h_{\text{отп}}$ — глубина отпечатка

меры твердости не перемещения индентора от поверхности, а расчетной величины его контакта с материалом с учетом прогиба (рис. 3, *а*) и навала (рис. 3, *б*) на краю отпечатка.

Следует обратить внимание на глубину отпечатка $h_{\text{отп}}$, измеряемую в процессе кинетического индентирования, величина которой не обязательно должна быть равна расстоянию между двумя последовательными положениями вершины индентора при максимальном и нулевом значениях нагрузки в процессе разгрузки, но может быть и равна расстоянию между двумя любыми другими последовательными точками контакта индентора и образца.

После снятия нагрузки и отвода индентора на поверхности упругопластичных и пластичных материалов фиксируется отпечаток неправильной геометрической формы (рис. 4).

Цель данной работы — разработка более простого и точного метода оценки нанотвердости как пластичных, так и упругих материалов.

Детально проанализировав типовую диаграмму индентирования при кинетическом методе оценки твердости, мы установили, что при снятии нагрузки и отводе индентора от поверхности образца (в момент достижения нулевого значения нагрузки) индентор еще внедрен в образец на величину, соответствующую пластической деформации в отпечатке. Именно эту величину и можно использовать для расчета твердости в нанодиапазоне по методу восстановленного отпечатка.

Проведя многочисленные исследования размеров отпечатка в нанодиапазоне, мы не получили положительного результата по фиксированию их четких размеров. Нами разработан принципиально новый способ определения твердости по методу восстановленного отпечатка. Сущность его заключается в делении нагрузки на площадь внедренной в материал части индентора, которая определяется по последней точке его контакта с образцом на разгрузочной ветви диаграммы индентирования. Данный метод применим для пластичных материалов и с определенными допущениями (когда часть упругой составляющей в общей доле деформации не превышает 10 %) — для упругопластичных.

Проведено сравнение значений нанотвердости образцовых мер твердости из стали У12А, определенных с использованием методик ОиФ и вновь разработанной в ХНАДУ [4]. По методике ХНАДУ каждое значение нанотвердости получали по результатам 30 индентирований. В программе Excel строили зависимость нагрузки от глубины внедрения индентора — $P=f(h)$ — для каждого из 30 измерений. После аппроксимации зависимости описывали полиномом второй степени. Затем задавали значения глубины внедрения индентора с определенным шагом и рассчитывали нагрузку для каждого из 30 индентирований по полученным формулам. Определяли среднюю нагрузку по 30 точкам для каждой глубины. По средним значениям силы и заданным величинам глубины строили среднюю кривую нагружения $P_{\text{ср}}=f(h)$, по которой определяли значения нанотвердости. Таким образом, получали среднюю (по результатам 30 опытов) зависимость нанотвердости от нагрузки. Данная методика обеспечивает точность измерений, в 30 раз большую, чем другие методы.

Исследования проводили в Институте металлургии и материаловедения имени А. А. Байкова РАН (Москва) при помощи твердомера NanoTest фирмы Micro Materials Ltd. (Англия), укомплектованного модифицированным индентором Берковича. Твердомер позволяет определять нанотвердость по методике ОиФ для максимальной загрузки (для одной точки нагружения индентора) (рис. 5).

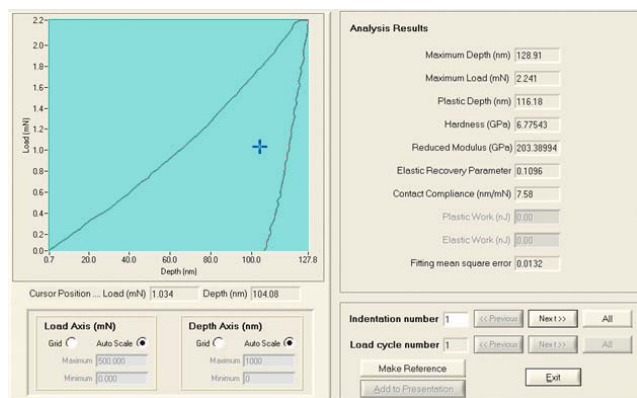


Рис. 5. Диаграмма нагружения индентора Берковича при испытании образцов из стали У10А

Была также рассчитана поверхностная нанотвердость для всех точек диаграммы нагружения как отношение силы сопротивления вдавливанию индентора к площади его внедренной части. Для индентора Берковича поверхностная твердость

$$H_{\text{пов}} = \frac{F}{A} = \frac{F}{26,3673h^2} \quad (2)$$

(угол при вершине 65°);

$$H_{\text{пов}} = \frac{F}{A} = \frac{F}{26,4342h^2} \quad (3)$$

(угол при вершине $65^\circ 03'$);

$$H_{\text{пов}} = \frac{F}{A} = \frac{F}{26,968h^2} \quad (4)$$

(угол при вершине $65^\circ 27'$), где F — сила сопротивления внедрению индентора, Н; A — площадь поверхности внедренной части индентора, мм^2 ; h — глубина внедрения индентора, мм.

Площадь A рассчитывается по глубине внедрения пирамиды Берковича, которая измеряется прибором. Поверхностная твердость может быть определена для любых материалов во всем интервале нагружения.

Расчетные значения поверхностной нанотвердости стали У10А на основе анализа диаграммы индентирования представлены на рис. 6.

На рис. 7 приведены результаты определения нанотвердости двумя рассматриваемыми методами. Более высокие значения нанотвердости получены при использовании методики ОиФ.

Отличия в значениях нанотвердости, определенных описанными методами анализа кривой индентирования, можно объяснить различиями в соотношении упругой и пластической составляющих деформации, на которых основываются расчеты твердости.

При определении твердости по методике ОиФ учитывается только пластическая составляющая деформации, что приводит к уменьшению площади кон-

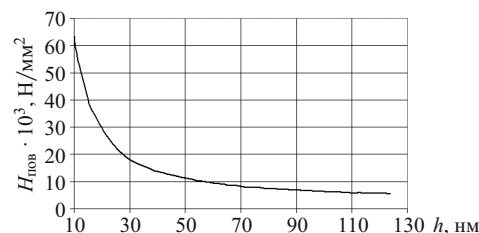


Рис. 6. Зависимость среднего значения поверхностной твердости стали У10А от глубины внедрения индентора

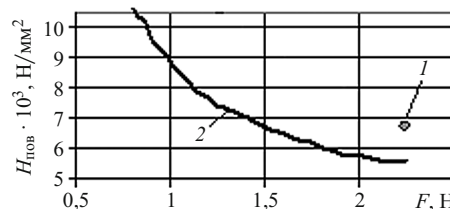


Рис. 7. Результаты определения нанотвердости стали У10А, полученные по методикам ОиФ (1) и ХНАДУ (2)

такта индентора с материалом и увеличению твердости. При определении поверхностной нанотвердости учитываются как упругая, так и пластическая составляющие деформации. Поэтому площадь поверхности внедренной части индентора больше площади проекции контакта, а значит, поверхностная твердость меньше полученной методом ОиФ. Учет как упругой, так и пластической составляющих при определении поверхностной нанотвердости повышает точность ее значений.

Таким образом, нанотвердость по методу ХНАДУ, в отличие от нанотвердости, определенной по методу Оливера и Фарра, можно рассчитать для любых материалов во всем интервале нагружения индентора Берковича.

При определении нанотвердости по методу ХНАДУ исключается необходимость сложного и недостаточно объективного расчета упругого прогиба, так как в качестве основного параметра используется глубина внедрения индентора, измеряемая прибором.

Значения нанотвердости по методу ХНАДУ на 20 % меньше показателей, определенных по методу Оливера и Фарра, так как величина твердости рассчитывается по глубине внедрения индентора и учитываются как упругая, так и пластическая составляющие деформации.

ЛИТЕРАТУРА

- ГОСТ Р 8.748–2011. Государственная система обеспечения единства измерений. Металлы и сплавы. Измерение твердости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании. Ч. 1. Метод испытаний. — М.: Стандартинформ, 2013. — 28 с.
- Sun Y., Zheng S., Bell T., Smith J. Indenter Tip Radius and Load Frame Compliance Calibration using Nanoindentation

- Load Curves / *Philosoph. Magaz. Lett.* 1999. Vol. 79. N 9. P. 649 – 658.
3. **Oliver W. C., Pharr G. M.** An improved technique for determining hardness and elastic moduley using load and displacement sensing indentation experiments / *J. Mater. Res.* 1992. Vol. 7. N 6. P. 1564 – 1583.
 4. **Мощенко В. И.** Новые методы определения твердости материалов: монография. Изд. 2-е доп. и перераб. — Харьков: ХНАДУ, 2013. — 323 с.
 5. **Moshchenok V. I.** Verification of the Methods Aimed at the Evaluation of Hardness of the Materials / *Mater. Sci. Int. J.* 2013. Vol. 49. N 2. P. 206 – 210.