

АКТУАЛЬНЫЕ ПРОБЛЕМЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХАРАКТЕРИСТИК ДЕФОРМАЦИИ, УПРУГОСТИ И ПРОЧНОСТИ НОВЫХ МАТЕРИАЛОВ, А ТАКЖЕ СТРУКТУРНЫХ И ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В НИХ МЕТОДОМ ИНДЕНТИРОВАНИЯ

Фирстов С. А., Горбань В. Ф., Печковский Э. П.

Институт проблем материаловедения им. И. Н. Францевича НАН Украины, Киев
fsa@ipms.kiev.ua, epp@ipms.kiev.ua

На основании известных соотношений, используемых в методе автоматического индентирования, аналитически получено уравнение, которое отражает основные закономерности этого процесса и устанавливает непосредственную связь между показателями диаграммы индентирования, твердостью и модулем нормальной упругости. Определен физический смысл этого уравнения. Получено его экспериментальное подтверждение при индентировании материалов различного типа более 30 наименований. Установлены константы индентирования, которые отражают наличие принципиальной возможности существования предельных значений величин глубины внедрения индентора и твердости материала. Отмечены возможности научного и практического использования полученных соотношений.

В настоящее время продолжает оставаться актуальной проблема разработки новых и модернизации известных методов, позволяющих сравнительно быстро и без больших энергетических затрат устанавливать достоверные значения механических свойств современных материалов с особыми свойствами (наноматериалы, аморфные, градиентные, квазикристаллы, пленки и др.).

Данная работа посвящена решению одного из аспектов этой проблемы, а именно – определению характеристик упругости, прочности и деформации таких материалов методом автоматического индентирования.

Одной из важных характеристик материала является отношение его твердости H к модулю нормальной упругости E (модулю Юнга) – H/E [1, 2]. Величина H/E характеризует способность материала сопротивляться изменению размеров и формы в процессе деформации. Она отражает сложившиеся на основании стандартных механических испытаний материалов представления о соотношении их пластичности; также используется для характеристики способности материалов к износу при трении.

Для экспериментального вычисления величины отношения H/E возникает необходимость в достоверном и точном определении значений твердости и модуля Юнга. При этом весьма рационально определять модуль упругости и твердость непосредственно в одном эксперименте по индентированию материала.

Авторы [3], используя автоматически записанные диаграммы индентирования (рис. 1) (в частности, их ветви разгрузки), первыми применили этот метод для определения модуля Юнга. В основе их модели находится представление о том, что в случае упруго-пластической деформации материала под индентором, «если разгрузка осуществляется после прекращения процессов релаксации под отпечатком, то начальная стадия разгрузки является чисто упругой. На этом этапе нагружение и разгружение – обратимые процессы и могут быть описаны методами теории упругости».

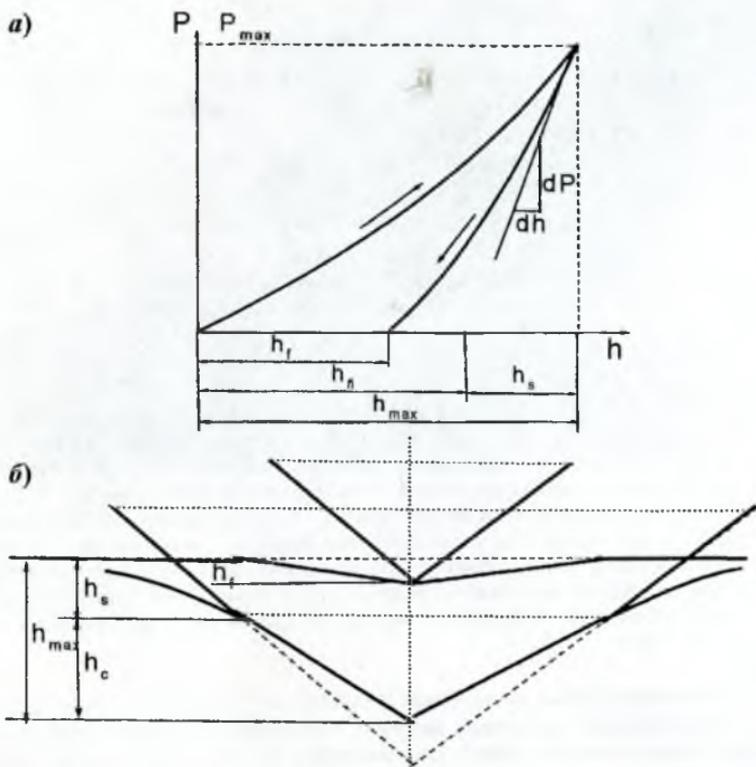


Рис. 1. Схемы диаграммы автоматического индентирования (а) и взаимодействия индентора с материалом (б). Пояснения см. в тексте

В результате было получено выражение, которое может быть представлено в следующем виде:

$$E^* = (dP/dh)_{h_{max}} \cdot \sqrt{\pi} / (2 \cdot \sqrt{F}), \quad (1)$$

где E^* – так называемый «эффективный» («контактный») модуль упругости, величина, учитывающая упругое взаимодействие материала с индентором:

$$1/E^* = (1 - \nu^2)/E + (1 - \nu_0^2)/E_0, \quad (2)$$

E – модуль Юнга материала, а индекс «0» относится к индентору. F – площадь проекции отпечатка. Величина $(dP/dh)_{h_{max}}$ характеризует наклон ветви разгрузки на начальном участке; определяется дифференцированием функции, связывающей нагрузку с глубиной внедрения в условиях упругой деформации.

В последующих работах [4, 5] представления авторов [3] были использованы, во-первых, для детализации методики определения модуля Юнга и, во-вторых, были направлены на получение достоверных значений твердости. Было обращено особое внимание на то, что глубина внедрения индентора, которая фиксируется на диаграмме индентирования, не совпадает с той глубиной отпечатка, на протяжении которой имеет место контакт между индентором и материалом.

В связи с этим, была введена [4, 5] величина h_c – глубина внедрения, на протяжении которой осуществляется контакт между индентором и материалом после полного

нагружения – до P_{\max} (рис. 1). В этой части отпечатка имеет место упруго-пластическая деформация и возможное разрушение материала, а также упругая деформация индентора. Часть глубины внедрения индентора, на протяжении которой контакт с материалом отсутствует в результате образовавшегося в материале углубления (sink-in) вокруг индентора, названа h_s . В этой части отпечатка имеет место полностью упругая деформация материала.

В работах [4, 5] на основании модели [3] и собственного экспериментального материала была предложена конкретная методика для определения величины h_c (рис. 1):

$$h_c = h_{\max} - 0,72 \cdot P_{\max} / (dP/dh)_{h_{\max}}, \quad (3)$$

$$h_s = 0,72 \cdot P_{\max} / (dP/dh)_{h_{\max}}. \quad (4)$$

Величина h_s вычисляется на начальном участке ветви разгрузки после окончания процесса релаксации напряжений в материале, т. е. при P_{\max} (h_{\max}). Число 0,72 – константа формы индентора [5]. Соответственно, площадь проекции «контактной» части отпечатка определяется как $F = 5,196 \cdot \text{tg}^2 \alpha \cdot h_c^2$, а величина твердости – с помощью выражения $H = \beta \cdot P_{\max} / h_c^2$, где β – коэффициент, учитывающий форму индентора.

В настоящей работе поставлена цель – установить функциональную связь отношения прочностных характеристик материала в виде H/E^* с показателями автоматически записанной диаграммы индентирования и возможности ее использования для определения характеристик деформации и упругости материалов с особыми свойствами.

Методика эксперимента

Микроиндентирование проводили на установке «Микрон-гамма» при комнатной температуре (нагрузка в пределах до $P = 3$ Н) алмазной пирамидой Берковича ($\alpha = 65^\circ$) с автоматически выполняемыми нагружением и разгрузением, а также записью диаграмм нагружения, выдержки и разгрузки в координатах $P-h$ (нагрузка – глубина внедрения индентора). Точность определения нагрузки P составляла 10^{-3} Н, глубины внедрения h индентора $\pm 2,5$ нм. Значения характеристик P_{\max} , h_{\max} , h_f , h_c , h_s , H , E^* , E определялись, вычислялись и фиксировались автоматически с использованием соответствующих формул [4, 5] (так, твердость H определяли как отношение нагрузки к площади проекции отпечатка на глубине h_c : $H = 0,418 \cdot P_{\max} / h_c^2$).

Основные изученные материалы – металлы и сплавы с различным типом кристаллической решетки и в различных структурных состояниях (в том числе, и в наноструктурном); а также материалы в квазикристаллическом, аморфном и аморфно-нанокристаллическом состояниях: Al; Fe; Mg; Cr; Ti; Cu; W; Cu–20%Zr (деформированный); Ni–3%Al–12%Re; Zr (деформированный); Ti (деформированный); Ti–20%V; W–6%Co; Ti₃SiC₂ (наноламинат); W–8%Co; Al–40%Cu–18%Fe (квазикристалл); Cr–ZrCr₂ (эвтектика); Si – монокристалл (111); W–45%Ti–10%Co; Ti–25%Zr–10%Ni–10%Cu–5%Co (рентгеноаморфный); SiO₂ (аморфный); Ti–41%Zr–17%Ni (квазикристалл); TiN (пленка); Co–4%Fe–8%Si–3%B (аморфный); SiC; Si (аморфный).

Экспериментальные результаты и их обсуждение

В настоящей работе аналитическим путем получены соотношения между характеристиками напряжения и деформации материалов при индентировании. Используя выражения (1) и (4). Выразив каждое из них через величину $(dP/dh)_{h_{\max}}$, приравняем их между собой, а в полученном соотношении связь нагрузки P с площадью проекции отпечатка выражаем через твердость H и глубину внедрения h_c . В результате получается выражение:

$$H / E^* = K \cdot (h_s / h_c), \quad (5)$$

где $K = 0,687 \cdot \text{ctg } \alpha$ – константа формы индентора.

Для используемого в работе индентора Берковича $K = 0,3206$; в результате уравнение (5) приобретает вид:

$$H/E^* = 0,3206 \cdot (h_s / h_c). \quad (6)$$

Принимая допущение, что перемещения индентора пропорциональны деформациям [1], можно сказать, что в уравнениях (5) и (6), в соответствии с рис. 1 и выражениями (3) и (4), величина отношения h_s / h_c характеризует долю полностью упругой деформации материала (в той части отпечатка материала, которая имеет место в углублении вокруг индентора – здесь происходит только упругая деформация материала) в упруго-пластической деформации системы материал – индентор (в той части отпечатка материала, которая находится в контакте с индентором – здесь материал деформируется упруго-пластически, индентор – упруго). Таким образом, величина отношения твердости к модулю упругости прямо пропорциональна величине, которая характеризует относительную полностью упругую («чисто» упругую) деформацию материала. Аналогичное соотношение, в котором рассматривается общая упругая деформация материала в системе материал–индентор, представлено в работе [1].

На рис. 2 представлены результаты обработки экспериментальных данных по индентированию изученных в работе материалов. Как видно, имеет место не только строго прямолинейная зависимость, отвечающая уравнению индентирования (5), но и совпадение константы пропорциональности, равной 0,32 для индентора Берковича, в соответствии с уравнением (6). Эта прямая линия является фактически тарировочной для данных условий индентирования материалов.

Как показал анализ экспериментальных данных, место расположения каждого материала на тарировочной прямой (рис. 2) находится в четком соответствии с его структурным состоянием (точнее, типом структурного состояния). В результате, представленные материалы могут быть сгруппированы по типу структурного состояния. Первая группа материалов – крупнокристаллические ($H/E^* < 0,04$), преимущественно эту группу представляют металлы и их сплавы. Вторая группа – мелкокристаллические и наноматериалы ($H/E^* \approx 0,05-0,09$); это – материалы, подвергнутые высоким степеням деформации, многофазные, керамика, покрытия, пленки. Третья группа – материалы в аморфном и аморфно-нанокристаллическом (квазикристаллическом) состояниях ($H/E^* \geq 0,1$). Для них получены наиболее высокие значения удельной твердости $H/E^* \approx 0,14-0,15$. Установление граничных значений величины H/E^* (или h_s/h_c) для различных структурных состояний облегчает идентификацию типа структурного состояния материала.

Анализ соотношений (3) и (4) показал, что величины h_s и h_c в дополнение к своей особенности сохранять постоянным их отношение при увеличении нагрузки (это отражено в выражении (5)), обладают свойством иметь предельные значения.

Действительно, в соответствии с [3], функция, описывающая ветвь разгрузки на начальном участке в предельном случае полностью упругой деформации, имеет такой же вид, как и ветвь нагружения, т. е. $P_{\max} = \lambda \cdot h_{\max}^2$ (ветви нагружения и разгрузки совпадают). Возможность существования такой ситуации подтверждена экспериментально, например, на алмазе [6], а также в нашей работе на кварце и аморфных материалах при использовании индентора с большими углами заточки. С другой стороны, дифференцирование величины $(dP/dh)_{\max}$ с учетом «предельной» функции ветви разгрузки приводит к соотношению $(dP/dh)_{\max} = 2 \cdot \lambda \cdot h_{\max}$. Заменяя в выражении (4) числитель и знаменатель на соответствующие им предельные величины, получаем максимальное предельное значение глубины внедрения h_s индентора (рис. 1):

$$h_s^{\max} = 0,36 \cdot h_{\max}. \quad (7)$$

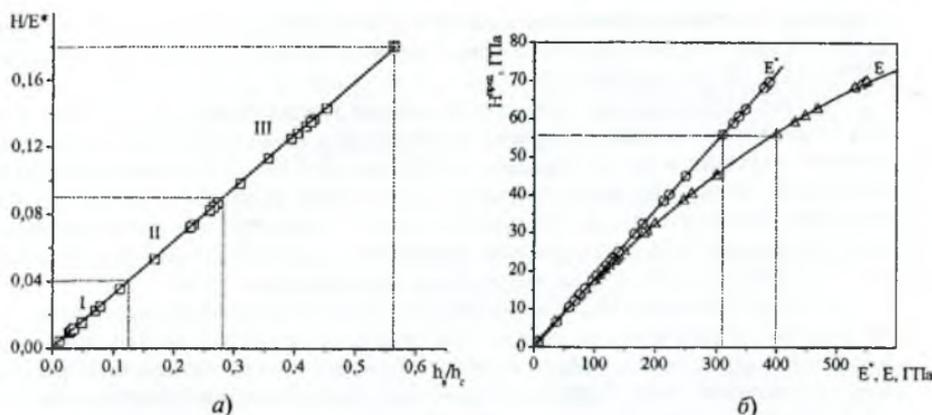


Рис. 2. Графическое представление уравнения индентирования (6): а – экспериментальная проверка и построение тарировочной зависимости для индентора Берковича; I, II, III – области структурных состояний; б – зависимость предельной твердости $H^{\text{прсд}}$ материала от модуля нормальной упругости. Пояснения см. в тексте

Так как величина h_s может иметь предельное максимальное значение (7), т. е. $h_s \leq 0,36 \cdot h_{\text{max}}$, следовательно, соответствующее ему значение величины h_c будет являться предельным минимальным (см. рис. 1). Подставив выражение (7) в (3), получаем выражение для минимального предельного значения глубины внедрения индентора $h_c^{\text{min}} = 0,64 \cdot h_{\text{max}}$, т. е. $h_c \geq 0,64 \cdot h_{\text{max}}$.

Отношение предельных значений величин h_s и h_c , как видно, равно

$$h_s^{\text{max}} / h_c^{\text{min}} = 0,5625. \quad (8)$$

Как следует из приведенных рассуждений, отношение (8) является предельной константой индентирования независимо от материала и условий индентирования. Действительно, она определяется только двумя числами: константой формы индентора, равной 0,72 [5], и показателем степени n в уравнении $P_{\text{max}} = \beta \cdot h_{\text{max}}^n$, описывающем ветвь нагружения. В условиях же соблюдения закона подобия отпечатка при индентировании всегда $n = 2$.

Подстановка константы индентирования (8) в уравнение индентирования (5) приводит его к виду, из которого следует принципиальная возможность существования предельного значения твердости $H^{\text{прсд}}$ материала: $H^{\text{прсд}} = 0,386 \cdot \text{ctg } \alpha \cdot E^*$. Как видно, оно определяется «эффективным» («контактным») модулем упругости E^* материала (прямо пропорционально) и углом α при вершине индентора (снижается с уменьшением общей деформации материала под индентором). Применительно к индентору Берковича (уравнение (6)), оно принимает вид:

$$H^{\text{прсд}} / E^* = 0,1803 \quad \text{или} \quad H^{\text{прсд}} = 0,1803 \cdot E^*. \quad (9)$$

Точка с «предельными» координатами $h_s^{\text{max}} / h_c^{\text{min}} = 0,5625$ и $H^{\text{прсд}} / E^* = 0,1803$, нанесенная на зависимость рис. 2, располагается на продолжении тарировочной прямой и находится в полном соответствии с экспериментальными данными.

Формула (9) позволяет определить предельное значение твердости $H^{\text{прсд}}$ конкретного материала, используя величину «контактного» модуля нормальной упругости E^* . Если же воспользоваться модулем Юнга E , то необходимо, как следует из соотношения (2), использовать величину коэффициента Пуассона ν . В этом случае применительно к

индентору Берковича и принятому в работе коэффициенту Пуассона $\nu = 0,25$ (в случае, когда его значение для данного материала не было известно), получается выражение: $H^{прел} = 0,192 \cdot E / (1 + 0,00087 \cdot E)$.

Расчет показывает, что предельные значения твердости материалов могут достигать значительных величин. Например, при индентировании алмаза, для которого принимается значение модуля нормальной упругости $E = 1160$ ГПа, являющегося самым высоким из числа известных материалов, можно ожидать и самое высокое значение твердости. Действительно, использование алмазного индентора Берковича и коэффициента Пуассона $\nu = 0,07$ дает расчетное значение величины $H^{прел} = 105$ ГПа. Это значение с большой точностью совпадает с известными значениями [7–9].

Наличие уравнения индентирования (5) позволяет контролировать корректность выполнения эксперимента на предмет получения достоверных значений твердости (в том числе, и предельных), модуля нормальной упругости, а также характеристик упругой и упруго-пластической деформации. Таким контролирующим фактором является соответствие полученных данных уравнению (5), т. е. расположение экспериментальных точек на тарировочной прямой (рис. 2).

Таким образом, аналитически полученное и экспериментально подтвержденное уравнение (5) является фундаментальным уравнением индентирования, так как оно отражает закономерности процесса индентирования и непосредственно устанавливает связь прочностных характеристик материала (т. е. возникающих в нем напряжений) в области полностью упругой (E^*) и упруго-пластической (H) деформации с основными показателями автоматически записанной диаграммы индентирования (в первую очередь, величин глубины внедрения h_s и h_c).

Список литературы

1. Мильман Ю.В. Новые методики микромеханических испытаний материалов методом локального нагружения жестким индентором // Сучасне матеріалознавство XXI сторіччя. Київ: "Наукова думка", 1998, с. 637-656.
2. Фирстов С.А., Роголь Т.Г. Теоретическая (предельная) твердость // Доповіді НАН України. – 2007. – № 4. – С. 110-114.
3. Бульчев С. И., Алехин В. П., Шоршоров М. Х., Терновский А. П. Исследование механических свойств материалов с помощью кинетической диаграммы нагрузка – глубина отпечатка при микровдавливании // Проблемы прочности. – 1976. – № 9. – С. 79-83.
4. Doener M. F. and Nix W. D. Indentation problems // J. Mater. Res. – 1986. – 1. – P. 601-614.
5. Oliver W.C. and Pharr G.M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology // J. Mater. Res. – 2004. – 19. – P. 3-20.
6. McHargue C.J. Indentation testing of thin films and hard materials // Thin Solid Films. – 1988. – 162. – P. 363-375.
7. Musel J. Hard and superhard nanocomposite coatings // Surface and Coatings Technology. – 2000. – 125. – P. 322-330.
8. Григорьев О. Н. Исследование пластических и прочностных свойств сверхтвердых материалов методами микровдавливания // Порошковая металлургия. – 1982. – № 1. – С. 74-84.
9. Gielisse P. J. Mechanical properties of diamond films and related materials // Proceedings of the Third International Symposium on Diamond Films. – St. Petersburg, Russia. June 16-19, 1996. – P. 281-295.