

ОПРЕДЕЛЕНИЕ НАНОТВЁРДОСТИ МАТЕРИАЛОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ РАЗЛИЧНЫХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА КРИВОЙ ИНДЕНТИРОВАНИЯ

Требования к свойствам материалов деталей летательных аппаратов постоянно растут по мере увеличения на них нагрузок. В последнее время актуальной проблемой является определение твердости сверхтонких поверхностных слоев или покрытий, материалов в нанобъемах [1]. Такие объекты требуют небольших нагрузок, что приводит к получению отпечатков малых размеров. В этом случае использование оптической микроскопии становится неэффективным. Необходимы более точные механизмы визуализации, такие, как атомная силовая или сканирующая электронная микроскопия. Однако даже этими методами не всегда можно получить точные параметры отпечатка. Поэтому единственным способом оценки свойств материалов в нанобъемах является метод кинетического индентирования.

В процессе кинетического индентирования происходит постепенное увеличение нагрузки на индентор до максимального значения. Процесс определения твёрдости включает в себя собственно процесс наноиндентирования, когда непрерывно фиксируется нагрузка и глубина внедрения индентора, и процесс обработки кривых индентирования или $F-h$ -диаграмм. Анализ $F-h$ -диаграмм проводят разными методами, например, методом Оливера и Фарра [2], среднего контактного давления (СКД) [3], методом, разработанным на кафедре технологии металлов и материаловедения ХНАДУ [4] (в дальнейшем будем называть «поверхностная нанотвёрдость»). Наибольшее применение нашёл метод Оливера и Фара.

Международный стандарт ISO 14577:2002 регламентирует метод определения твердости индентирования H_{it} :

$$H_{it} = \frac{F}{A_p} = \frac{F}{23,96 \cdot h_c^2}, \quad (1)$$

где F – нагрузка;

A_p – площадь проекции контакта индентора с материалом;

h_c – глубина контакта индентора с материалом (рис. 1).

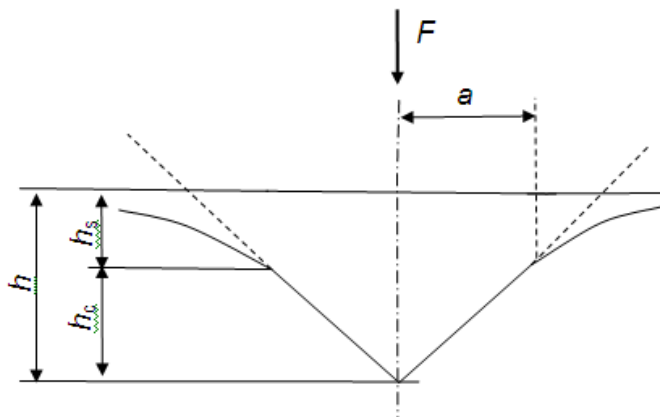


Рисунок 1 – Схема определения твердости индентирования H_{it} :
 F – приложенное усилие; a – радиус контакта индентора с материалом;
 h – полное перемещение индентора; h_c – глубина контакта индентора с
 материалом; h_s – глубина упругого прогиба поверхности материала
 в зоне контакта с индентором

Для расчета твердости индентирования используется глубина контакта индентора с материалом, а нанотвердомеры измеряют величину перемещения индентора h . Определить величину контакта позволяет методика Оливера и Фарра, разработанная в начале 90-х годов XX века [2]. Для расчёта глубины контакта нужно знать общее перемещение индентора h и упругий прогиб поверхности образца на краю контакта h_s . Основная сложность заключается в определении упругого прогиба h_s , который рассчитывают по методике, предложенной в работе [2]. Рассмотренный метод позволяет определять нанотвёрдость только для максимального значения нагрузки, его называют методом Оливера и Фарра. Этим методом можно определять нанотвёрдость далеко не всех материалов. Например, нанотвёрдость упругих материалов этим методом определить затруднительно, так как величина прогиба будет практически равна величине глубины контакта.

В ИСМ НАН Украины метод Оливера и Фарра получил дальнейшее развитие. С.Н. Дуб и соавторы предложили усовершенствованный метод определения упругого прогиба для любой точки F - h -диаграммы, названный методом нахождения среднего контактного давления (СКД).

Эта методика позволяет определять нанотвёрдость не только для максимального значения нагрузки, а для всего интервала нагружения индентора [3]. Методика нахождения СКД включает в себя следующие этапы:

1. Определяют текущее значение упругого прогиба поверхности образца

$$h_{y_i} = h_{y_{max}} (P_i / P_{max})^{1/2}, \quad (2)$$

где $h_{y_{\max}}$ – максимальное значение прогиба поверхности образца, измеряемое твердомером;

P_i – текущее значение нагрузки, измеряемое твердомером;

P_{\max} – максимальное значение нагрузки, измеряемое твердомером.

2. Определяют текущее значение глубины контакта образца

$$h_{c_i} = h_{\max_i} - h_{y_i}, \quad (3)$$

где h_{\max_i} – максимальное перемещение индентора, измеряемое твердомером.

3. Рассчитывают контактную площадь

$$A_{c_i} = k \cdot h_{c_i}^2, \quad (4)$$

где k – коэффициент, зависящий от формы индентора.

4. Определяют величину нанотвердости

$$H_i = \frac{P_i}{A_{c_i}}. \quad (5)$$

При определении СКД для построения зависимости в координатах нанотвёрдость – нагрузка (или глубина контакта) необходимо для каждой точки диаграммы из величины перемещения индентора вычесть упругий прогиб поверхности образца, соответствующий величине текущей нагрузки (согласно методу Оливера и Фарра), что осложняет задачу нахождения среднего контактного давления.

«Поверхностная нанотвёрдость» рассчитывается для всех точек диаграммы нагружения как отношение силы сопротивления вдавливанию индентора к площади его внедрённой части [4].

Для индентора Берковича «поверхностная нанотвёрдость» определяется по формулам:

а) угол при вершине пирамиды 65° :

$$H_{\text{Бпов}} = \frac{F}{A} = \frac{F}{26,367 \cdot h^2}, \quad (6)$$

б) угол при вершине $65,03^\circ$:

$$НБ_{пов} = \frac{F}{A} = \frac{F}{26,434 \cdot h^2}, \quad (7)$$

в) угол при вершине 65,27°:

$$НБ_{пов} = \frac{F}{A} = \frac{F}{26,968 \cdot h^2}, \quad (8)$$

где F – сила сопротивления внедрению индентора, Н;

A – площадь поверхности внедрённой части индентора;

h – глубина внедрения индентора.

Площадь A рассчитывается по глубине внедрения пирамиды Берковича, которая измеряется прибором. «Поверхностная нанотвёрдость» определяется для любых материалов на всём интервале нагружения.

Цель работы – сравнение существующих методов анализа кривых индентирования.

Сравнение методов анализа кривых индентирования проводили при измерении нанотвёрдости стали 9ХС. Исследования выполняли с помощью твердомера NanoTest фирмы Micro Materials Ltd (Англия) в Институте металлургии и материаловедения имени А.А.Байкова Российской академии наук (г. Москва). Нанотвердомер укомплектован модифицированным индентором Берковича.

Твердомер NanoTest определяет нанотвёрдость и модуль упругости по методике Оливера и Фарра для максимального значения нагрузки. На основе кривой индентирования рассчитывали поверхностную нанотвёрдость по формуле (7) и по методу СКД (порядок расчёта приведен выше) для всего интервала нагружения индентора. Нанотвёрдость определяли по 10 индентированиям.

На основе анализа кривой индентирования по методике, предложенной в ИСМ НАН Украины, выполнены расчеты и построена зависимость СКД от глубины внедрения индентора (рис. 2).

На основании диаграммы индентирования были получены расчетные значения «поверхностной нанотвёрдости» стали 9ХС (рис. 2).

При определении «поверхностной нанотвёрдости» и СКД наблюдается размерный эффект – с уменьшением глубины (нагрузки) индентирования твёрдость увеличивается (рис. 2). Это явление объясняется тем, что в процессе индентирования объём материала, вовлечённого в процесс деформирования, изменяется. При этом изменяются также атомные механизмы пластической деформации [5].

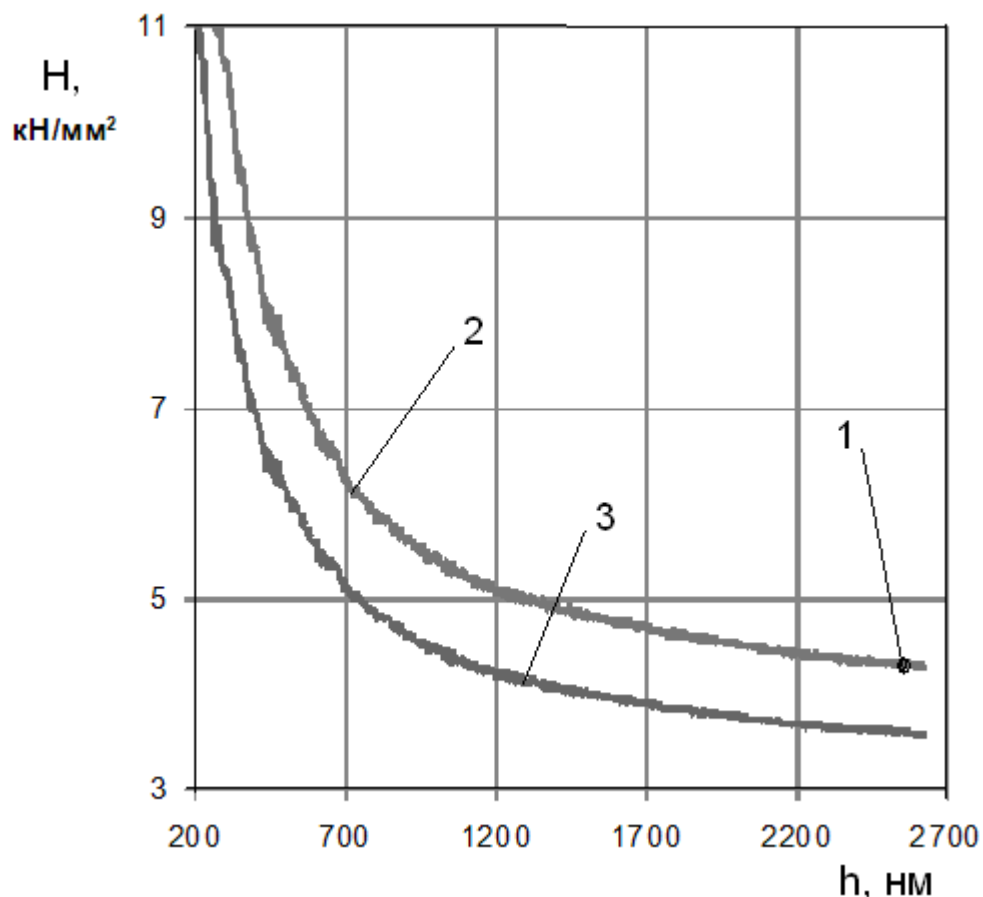


Рисунок 2 – Зависимость нанотвёрдости, которую определяли различными методами анализа кривой индентирования, от глубины внедрения индентора: 1 – нанотвёрдость по методу Оливера и Фарра; 2 – нанотвёрдость по методу СКД, 3 – поверхностная нанотвёрдость

Анализ кривой индентирования рассмотренными выше методами показал, что нанотвёрдость, определенная по методике Оливера и Фарра и СКД, больше «поверхностной нанотвёрдости» на 18...20 %.

Отличия в значениях нанотвёрдости, определяемой описанными выше методами анализа кривой индентирования, можно объяснить различиями в соотношении упругой и пластической деформации, которые учитываются при расчёте нанотвёрдости. При определении нанотвёрдости по методике Оливера и Фарра и СКД учитывается только пластическая составляющая деформации, при использовании расчётного метода «поверхностной нанотвёрдости» – упругая и пластическая составляющие деформации. Поэтому «поверхностная нанотвёрдость» имеет меньшую величину по сравнению с остальными.

Выводы

1. «Поверхностную нанотвёрдость» в отличие от нанотвёрдости, определяемой по методике Оливера и Фарра, можно рассчитывать для материалов на всём интервале нагружения индентора Берковича.

2. При определении «поверхностной нанотвёрдости» исключается необходимость расчёта упругого прогиба, так как используют глубину внедрения индентора, которая измеряется прибором.

3. Анализ кривой индентирования показал, что наименьшую величину имеет «поверхностная нанотвёрдость», так как её расчёт осуществляется по глубине внедрения индентора и учитывается как упругая, так и пластическая составляющие деформации.

4. Величина «поверхностной нанотвёрдости» меньше нанотвёрдости, рассчитанной по методика Оливера и Фарра, на 18...20%.

Список использованных источников

1. Лалазарова Н.А. Определение твёрдости тонких покрытий /Н.А. Лалазарова // Вестник ХНАДУ. – 2009. – Вып. 46. – С. 52-54

2. Oliver W.C., Pharr G.M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments//J. Mater. Res.-1992.-7. №6. -P. 1564-1583.

3. Дуб С.Н. Испытания твёрдых тел на нанотвёрдость / С.Н.Дуб, Н.В. Новиков // Сверхтвёрдые материалы. – 2004. – №6. – С.16-33.

4. Мощенок В.И. Определение универсальной и истинной нанотвёрдости материалов / В.И. Мощенок, Н.А. Лалазарова // Вопросы проектирования и производства конструкций летательных аппаратов: сб. науч. тр. – Х.: Нац. аэрокосм. ун-т им. Н.Е.Жуковского «ХАИ», 2008. – Вып. №2 (53). – С.87-92.

5. Головин Ю.И. Наноиндентирование и механические свойства твёрдых тел в субмикроробъёмах, тонких приповерхностных слоях и плёнках / Ю.И. Головин // ФТТ. – 2008. – Т. 50, вып. 12. – С. 2113-2142

Поступила в редакцию 31.01.2011 г.

Рецензент: д-р техн. наук, ст. науч. сотр. В.И. Сливинский, УкрНИИТМ, г. Днепрпетровск