

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

Институт проблем материаловедения им. И.Н. Францевича НАН Украины, Киев

НОВЫЕ МЕТОДОЛОГИЧЕСКИЕ ВОЗМОЖНОСТИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ СОВРЕМЕННЫХ МАТЕРИАЛОВ МЕТОДОМ АВТОМАТИЧЕСКОГО ИНДЕНТИРОВАНИЯ



Представлена разработанная авторами новая методология обработки и анализа результатов автоматического индентирования материалов. В основе методологии находится физически обоснованное и экспериментально подтвержденное уравнение индентирования, которое устанавливает связь между механическими свойствами материала (в том числе их предельными значениями) и показателями автоматически записанной диаграммы индентирования. Использование методологии позволяет получать практически полную картину механических свойств и структурного состояния новых современных материалов любого фазового состава в любом структурном состоянии на образцах очень малых размеров.

Ключевые слова: индентирование, внеконтактная глубина внедрения индентора, контактный модуль упругости, уравнение индентирования, карта структурных состояний, предельная твердость.

При анализе механического поведения конкретного материала обращает на себя внимание соотношение его неразрывно связанных характеристик: *состав—структура—свойства*. При этом если требуемый состав сравнительно легко получить и проконтролировать, то для установления структурного состояния, которое является другим решающим фактором, определяющим свойства материала, требуются тщательные исследования и порой дорогостоящее оборудование. Особенно эта проблема актуальна для современных материалов с особыми свойствами (наноматериалы, аморфные, градиентные, квазикристаллы, пленки и др.), которые к тому же в качестве изделий имеют малые размеры. В связи с этим продолжает оставаться актуальной разработка новых и модернизация

известных методов, позволяющих достоверно, сравнительно быстро и без больших затрат определять механические характеристики современных материалов и при этом идентифицировать их структурное состояние.

Одним из важных направлений в исследовании механических свойств материалов является метод индентирования, включающий автоматическую запись кинетической диаграммы нагрузка—глубина отпечатка $P-h$. В последние десятилетия этот метод получил широкое распространение при изучении новых материалов [1–22]. Он позволяет преодолеть значительные методические трудности, связанные с получением достоверных значений механических характеристик упругости, прочности и пластичности таких материалов традиционными методами. Кроме того, имеется возможность характеризовать структурное состояние материалов, обладающих особыми свойствами.

Как известно [16, 17], твердость материалов в определенных условиях испытания может достигать значительных величин — $E/10$ — $E/6$, т. е. приближаться к значениям теоретической прочности, полученным другими методами испытаний. В связи с тем что твердость является характеристикой прочности материалов в специфических условиях нагружения (напряженно-деформированное состояние материала близко к всестороннему сжатию), возникает предположение, что к этой величине также может быть применен термин «*теоретическая твердость*», т. е. она должна определяться физическими константами материала на уровне кристаллической решетки. Следовательно, одним из важных аспектов анализа результатов индентирования материалов является сопоставление экспериментальных значений твердости с теоретической прочностью материалов, что представляет исключительный интерес при изучении предельно возможного упрочнения материалов, особенно в микро- и наноструктурных состояниях.

Применительно к нагружению методом индентирования величине теоретической прочности может соответствовать величина теоретической твердости. В связи с этим представляется полезным ввести понятие *теоретической твердости* и дать ему такое определение [9]: «Теоретическая твердость — это максимальная твердость материала, которая может быть достигнута при условии, что напряжение, вызывающее пластическое течение в материале под индентором, соответствует теоретической прочности на сдвиг этого материала». Таким образом, теоретическая твердость материала соответствует величине максимальной возможной прочности данного материала.

**ФУНКЦИОНАЛЬНАЯ СВЯЗЬ
ХАРАКТЕРИСТИК ПРОЧНОСТИ МАТЕРИАЛА
С ПОКАЗАТЕЛЯМИ ДИАГРАММЫ
ИНДЕНТИРОВАНИЯ**

Авторы [1, 2], используя автоматически записанные диаграммы индентирования, в част-

ности их ветви разгрузки (рис. 1), 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 (только упругой). На этом этапе нагружение и разгрузка — обратимые процессы и могут быть описаны методами теории упругости». В результате было получено выражение для модуля Юнга, которое может быть представлено в следующем виде:

$$E^* = [(dP/dh_{\max}) \cdot \sqrt{\pi}] / (2 \cdot \sqrt{F}). \quad (1)$$

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

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

где E — модуль Юнга материала; ν — коэффициент Пуассона; F — площадь проекции отпечатка; индекс «0» относится к индентору. Величина dP/dh_{\max} характеризует наклон ветви разгрузки на начальном участке; определяется дифференцированием функции, связывающей нагрузку с глубиной внедрения.

В последующих работах [13, 15] были использованы представления авторов [1, 2] для детализации этой методики и направлены, главным образом, на получение «правильных» значений твердости. Была введена величина h_c — глубина внедрения, на протяжении которой осуществляется контакт между индентором и материалом после полного нагружения (до P_{\max}). При этом часть глубины внедрения индентора, на протяжении которой контакт с материалом отсутствует в результате образовавшегося в материале углубления вокруг индентора (sink-in), названа h_s .

В работах [13, 15] на основании модели [1, 2] и собственного экспериментального материала предложена конкретная методика для

определения величины h_c , которая привела к выражениям

$$h_c = h_{\max} - 0,75 \cdot \frac{P_{\max}}{dP/dh_{\max}}, \quad (3)$$

$$h_s = 0,75 \cdot \frac{P_{\max}}{dP/dh_{\max}}. \quad (4)$$

Соответственно площадь проекции контактной части отпечатка определяется (например, для индентора Берковича) как $F = 24,5 \cdot h_c^2$, а величина твердости — с помощью выражения

$$H_{IT} = \alpha \cdot P_{\max} / h_c^2, \quad (5)$$

где α — коэффициент, учитывающий форму индентора и размерности величин P и h .

Продолжает оставаться актуальной проблема установления функциональных связей прочностных характеристик материала с показателями автоматически записанной диаграммы индентирования. Решение этой проблемы дает возможность разработать методологию, позволяющую не только вычислять характеристики упругости, прочности и деформации современных материалов, но и идентифицировать их структурное состояние.

ФУНДАМЕНТАЛЬНОЕ УРАВНЕНИЕ ИНДЕНТИРОВАНИЯ

Величина H_{IT}/E является одной из важных характеристик материала [5, 18, 21]. Для экспериментального вычисления величины отношения H_{IT}/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 при индентировании материала.

Рассмотренные показатели диаграммы индентирования — величины глубины внедрения индентора — кроме деформации материала характеризуют также твердость и модуль упругости через его состав и структурное состояние в соответствии с известными соотношениями [1, 2, 5, 12, 13]. Это позволило полу-

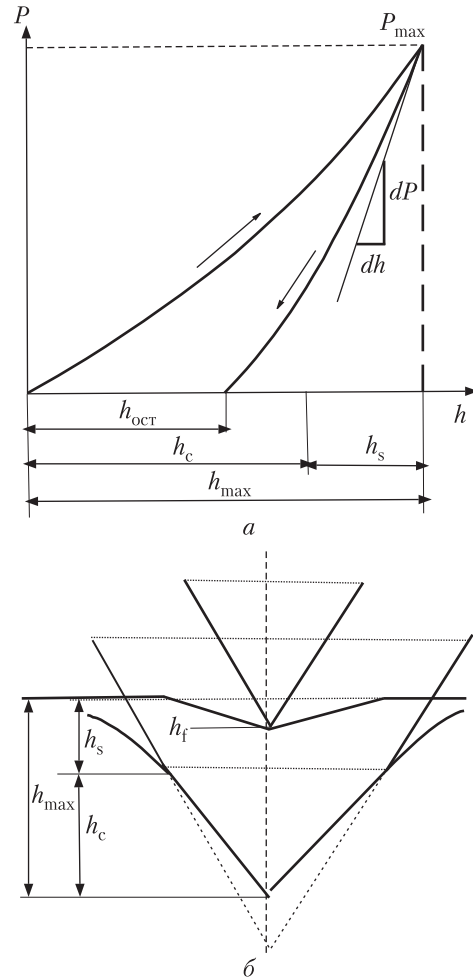


Рис. 1. Диаграмма автоматического индентирования (а) и схема взаимодействия индентора с материалом (б)

чить новые соотношения между ними в виде выражения

$$H/E^* = 0,687 \cdot \text{ctg } \alpha \cdot (h_s / h_c). \quad (6)$$

Для использованного в работе индентора Берковича уравнение (6) приобретает вид

$$H_{IT}/E^* = 0,3206 \cdot (h_s / h_c). \quad (7)$$

На рис. 2 представлены результаты обработки экспериментальных данных по индентированию изученных в работе материалов различных составов, типов, фазового и структурного состояний: крупнокристаллические; мел-

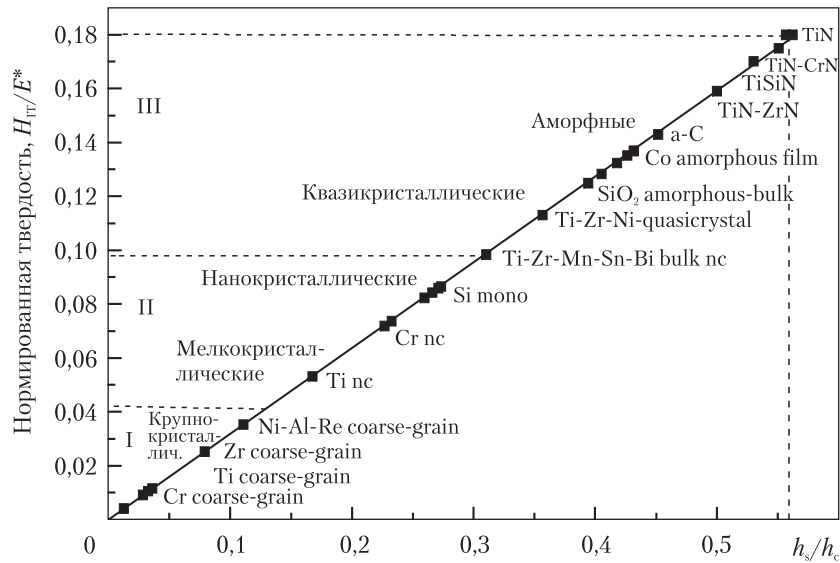


Рис. 2. Графічне представлення рівняння інденування (7) для матеріалів різного типу і структурного стану. Тарифовочна пряма для інденатора Берковича

кокристаллические і наноматеріали; аморфні матеріали і др. Микроінденування проводили на установці «Мікрон-гамма» [23] при кімнатній температурі (нагрузка в межах до $P = 3H$) алмазної пірамідою Берковича з різними кутами заточки з автоматично виконуваними навантаженнями і розвантаженнями на протязі 30 с. Одночасно проводилась запис діаграми навантаження, витримки і розвантаження в координатах $P-h$. Точність визначення сили P складала $10^{-3} H$, глибини входу h інденатора $\pm 2,5$ нм. Значення показників діаграми $P, h_{max}, h_{ост}, h_c, h_s$ фіксувалися за даними двох тисяч точок на діаграмі інденування і, крім того, проводилось автоматичне обчислення таких характеристик матеріала, як твердість H_{IT} , контактний модуль еластичності E^* , модуль Юнга E , робота W , виконувана при інденуванні.

Як видно з рис. 2, має місце не тільки строго лінійна залежність, що відповідає рівнянню інденування (6), але і збіг константи пропорційності, рівної 0,32 для інденатора Берковича з відповідним рівнянням (7). Ця лінійна залежність є фактично тарифовочною для даних умов інденування матеріалів.

Як показав аналіз експериментальних даних, місце розташування кожного матеріала на тарифовочній прямій (рис. 2) знаходиться в чіткому відповідності з його структурним станом (точніше, типом структурного стану). В результаті представлені матеріали можуть бути сгрупировані за типом структурного стану.

Перша група матеріалів — крупнокристаллические ($H_{IT}/E^* < 0,04$); переважно цю групу представляють метали і їх сплави. Друга група — мелкокристаллические і наноматеріали ($H_{IT}/E^* \approx 0,05-0,09$). Це — матеріали, піддані високим ступеням деформації, багатофазні, кераміка, покриття, плівки. Третя група — матеріали в аморфному і аморфно-нанокристаллическому стані ($H_{IT}/E^* \geq 0,1$) і матеріали на базі нітридів, карбідів, боридів. Для них отримані найбільш високі значення нормованої твердості $H_{IT}/E^* \approx 0,14-0,15$. Встановлення граничних значень величини H_{IT}/E^* (або h_s/h_c) для різних типів структурних станів матеріалів спрощує іденування.

тификацію априори неизвестного типа структурного состояния изучаемого материала.

Наличие уравнения индентирования (6) позволяет контролировать корректность выполнения эксперимента на предмет получения достоверных значений твердости, модулей контактной и нормальной упругости, а также характеристик упругой и упруго-пластической деформации. Таким контролирующим фактором является соответствие полученных в работе данных уравнению (7), т. е. расположение экспериментальных точек на тарировочной прямой (рис. 2).

Таким образом, уравнение индентирования является фундаментальным уравнением метода автоматического индентирования, так как оно отражает закономерности процесса индентирования и непосредственно устанавливает связь прочностных характеристик, упруго-пластической деформации и структурного состояния материала с основными показателями автоматически записанной диаграммы индентирования (в первую очередь, величин глубины внедрения h_s и h_c).

ПРЕДЕЛЬНАЯ ТВЕРДОСТЬ

Подстановка константы индентирования (h_s/h_c)^{пред} = 0,5625 [10, 14] в уравнение индентирования (6) приводит его к виду, из которого следует принципиальная возможность существования предельного значения твердости $H^{\text{пред}}$ материала:

$$H^{\text{пред}} = 0,386 \cdot \text{ctg } \alpha \cdot E^*. \quad (8)$$

Как видно, $H^{\text{пред}}$ определяется контактным модулем упругости E^* материала (прямо пропорционально) и углом α при вершине индентора (снижается с увеличением угла α , т. е. с уменьшением общей деформации материала под индентором). Следовательно, для данного материала значение величины $H^{\text{пред}}$ определяется константами упругости его и индентора (модули Юнга и коэффициенты Пуассона) и условиями индентирования, в частности теми параметрами, которые влияют на константы

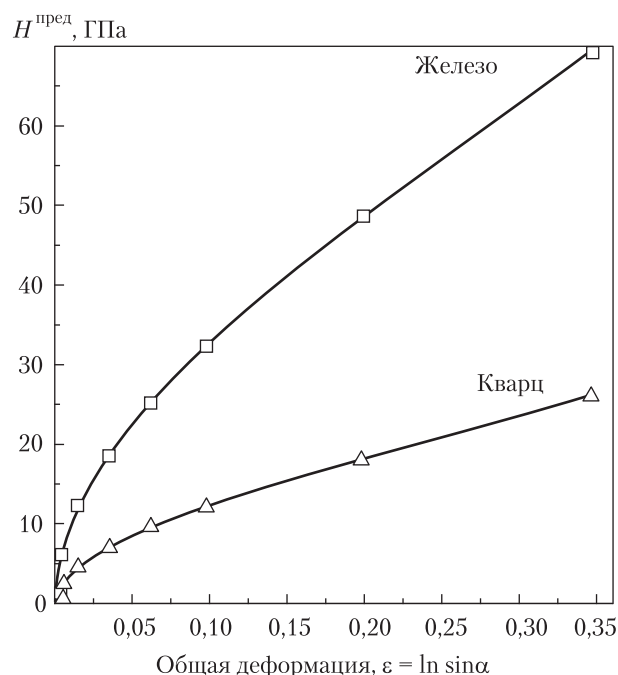


Рис. 3. Зависимость предельной твердости $H^{\text{пред}}$ материалов от общей деформации под индентором. Расчет выполнен по формуле (8)

упругости материала и индентора, а также углом заточки индентора (рис. 3).

Применительно к индентору Берковича выражение (8) принимает вид

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

В рамках использованной модели индентирования предельное значение твердости материала $H^{\text{пред}}$ — это значение, которое получено в таких условиях индентирования, когда при нагруженном инденторе глубина внедрения h_s достигает предельного максимально возможного значения, равного $h_s^{\text{max}} = 0,36 h_{\text{max}}$, что соответствует предельному минимальному значению глубины внедрения $h_c^{\text{min}} = 0,64 h_{\text{max}}$ и константе индентирования $h_s^{\text{max}} / h_c^{\text{min}} = 0,5625$. Фактором, обеспечивающим достижение предельной твердости, является наличие полностью упругой деформации материала под индентором (диаграммы нагружения и разгружения совпадают).

Выполненный нами расчет по определению предельной твердости алмаза (материала, имеющего наибольшее значение твердости из числа известных) дал величину $H^{\text{пред}} = 105$ ГПа (использованы модуль Юнга $E = 1160$ ГПа, коэффициент Пуассона $\nu = 0,07$, алмазный индентор Берковича). Это значение с большой точностью совпадает с известными данными [22, 24, 25].

ВНЕКОНТАКТНАЯ УПРУГАЯ ДЕФОРМАЦИЯ ПРИ ИНДЕНТИРОВАНИИ И ЕЕ ПРЕДЕЛЬНАЯ ВЕЛИЧИНА

В работе [14] получено соотношение, которое определяет не полную упругую деформацию в отпечатке материала (когда упругая деформация является частью упруго-пластической деформации), а только ту ее часть, которая проявляется в неконтактной области отпечатка, т. е. относится к материалу, находящемуся в углублении вокруг индентора (рис. 1). Здесь материал испытывает только упругую деформацию ε_{es} . В этом случае выражение для относительной внеконтактной упругой деформации ε_{es} материала по отношению к контактной упруго-пластической деформации ε_c принимает вид

$$\varepsilon_{\text{es}} = \varepsilon_c \cdot (h_s/h_c) = \ln \sin \alpha \cdot (h_s/h_c), \quad (10)$$

где $\varepsilon_c = \ln \sin \alpha$ — усредненная контактная деформация материала под индентором на глубине h_c ; α — угол при вершине пирамиды индентора, т.е. угол между высотой пирамиды и высотой грани (так называемый «*угол заточки*» индентора).

Подставив в выражение (10) значение предельной величины $(h_s/h_c)^{\text{пред}} = 0,5625$, получим величину предельной упругой (только упругой — без сочетания с пластической) деформации материала:

$$\begin{aligned} \varepsilon_{\text{es}}^{\text{пред}} &= \varepsilon_c \cdot (h_s/h_c)^{\text{пред}} = 0,5625 \cdot \varepsilon_c = \\ &= 0,5625 \cdot \ln \sin \alpha. \end{aligned} \quad (11)$$

Как видно, величина предельной относительной внеконтактной упругой деформации

$\varepsilon_{\text{es}}^{\text{пред}}$ прямо пропорциональна контактной деформации ε_c , составляет приблизительно ее половину и определяется только лишь углом заточки индентора. Она не зависит ни от материала, ни от условий индентирования. Для индентора Берковича, который обеспечивает $\varepsilon_c = 0,0984$, она составляет

$$\varepsilon_{\text{es}}^{\text{пред}} = 0,05526 \approx 5,5 \%. \quad (12)$$

Таким образом, метод автоматического индентирования позволяет определить предельно возможное значение упругой деформации, которое может быть достигнуто в материале, $\varepsilon_{\text{es}}^{\text{пред}} = 0,5625 \cdot \ln \sin \alpha$ (для индентора Берковича $\varepsilon_{\text{es}}^{\text{пред}} \approx 5,5 \%$). В зависимости от материала и условий нагружения эта величина может оказаться достаточной или не достаточной для реализации его реальных упругих свойств.

На рис. 4 представлена расчетная зависимость выражения (11) и экспериментально полученные зависимости $\varepsilon_{\text{es}}(\varepsilon_c)$ для некоторых материалов, а также нанесены их предельно возможные значения $\varepsilon_{\text{es}}^{\text{пред}}$. Как видно, для каждого материала имеется свое значение контактной деформации ε_c , которое способно обеспечить достижение предельной упругой деформации $\varepsilon_{\text{es}}^{\text{пред}}$ при данных «внешних» условиях нагружения. При этом, например, для нитрида титана TiN в виде пленки величина $\varepsilon_{\text{es}}^{\text{пред}}$ была достигнута при комнатной температуре при использовании индентора Берковича ($\alpha = 65^\circ$). Это означает, что предельные значения приобрели и такие соответствующие друг другу величины, как h_s/h_c и H_{IT}/E^* , что позволило нанести их на тарировочную прямую в качестве предельной (конечной) точки. В то же время, например, для железа величина $\varepsilon_{\text{es}}^{\text{пред}}$ не была достигнута при комнатной температуре.

Таким образом, соотношения для вычисления величины упругой деформации ε_{es} , как видно, вытекают непосредственно из уравнения индентирования (6):

$$\begin{aligned} \varepsilon_{\text{es}} &= 0,0984 (h_s/h_c) = 0,307 (H_{\text{IT}}/E^*); \\ \varepsilon_{\text{es}}^{\text{пред}} &= 0,05526. \end{aligned}$$

В результате уравнение индентирования (7) для индентора Берковича может быть выражено следующим образом:

$$H_{IT}/E^* = 3,257 \varepsilon_{es}. \quad (13)$$

Отсюда следует, что и упругие, и пластические характеристики материала, определяемые при индентировании, контролируются величиной его упругой деформации.

НАПРЯЖЕНИЕ ВНЕКОНТАКТНОЙ УПРУГОЙ ДЕФОРМАЦИИ И ЕГО ПРЕДЕЛЬНАЯ ВЕЛИЧИНА

При наличии выражений (10) и (12) для относительной внеконтактной упругой деформации ε_{es} и $\varepsilon_{es}^{пред}$, которые распространяются на материал, находящийся в углублении вокруг индентора и испытывающий только упругую деформацию (рис. 1), можно определить величины напряжения σ_{es} и $\sigma_{es}^{пред}$, которые соответствуют этим деформациям. Действительно, на протяжении глубины внедрения h_s связь между внеконтактной упругой деформацией материала и соответствующим ей напряжением может быть описана выражением, аналогичным закону Гука (использование такого приема обосновано в ряде работ [5, 19, 21, 25]):

$$\sigma_{es} = E^* \cdot \varepsilon_{es}, \quad (14)$$

$$\sigma_{es}^{пред} = E^* \cdot \varepsilon_{es}^{пред}. \quad (15)$$

Проверка соотношения $\sigma_{es} = E^* \cdot \varepsilon_{es}$, выполненная в испытаниях на разрыв и сжатие и сопоставленная с теоретически полученными данными других авторов, показала его достоверность [14].

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТВЕРДОСТИ ПО ВЕЛИЧИНЕ РАБОТЫ, СОВЕРШЕННОЙ ПРИ ИНДЕНТИРОВАНИИ

По результатам экспериментального и аналитического изучения определения твердости «по работе» и сопоставления ее значений с твердостью «по силе» получены выражения для всех видов работ, которые представлены на диаграмме индентирования:

$$W_m = P_m \cdot (0,5 h_s + 0,281 h_c); \quad W_s = 0,5 P_m \cdot h_s; \quad W_c = 0,281 \cdot P_m \cdot h_c; \quad W_{ce} = 0,89 \cdot P_m \cdot (h_s^2/h_c).$$

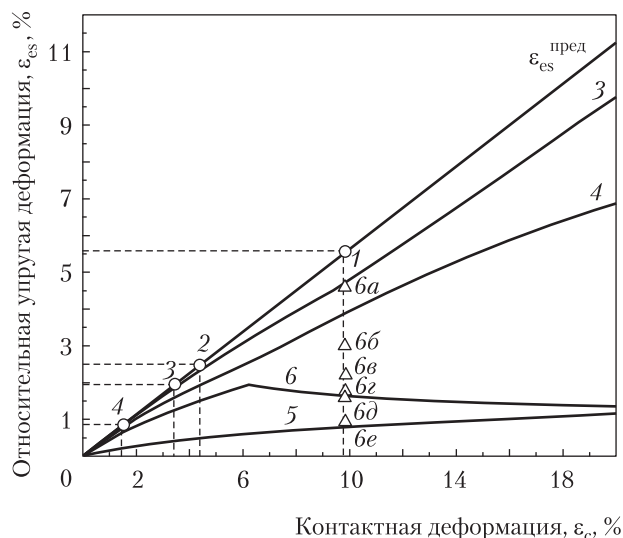


Рис. 4. Зависимость относительной упругой деформации ε_{es} материалов (1 – TiN нанокристаллический – $\varepsilon_{es}^{пред} = 5,58$ %; 2 – Zr57 Al10 Cu20 Ni8 Ti5 – аморфный сплав $\varepsilon_{es}^{пред} = 2,5$ % [J. Eckert etc. – 2001]; 3 – Углерод аморфный – $\varepsilon_{es}^{пред} = 1,94$ %; 4 – SiO₂ – кварц аморфный – $\varepsilon_{es}^{пред} = 0,83$ %; 5 – Железо кристаллическое – $\varepsilon_{es}^{пред} < 0,38$ %; 6 – Ti₃SiC₂ – наноламинат – $\varepsilon_{es}^{пред} < 0,38$ %), а также их предельных значений $\varepsilon_{es}^{пред}$ от контактной деформации ε_c . Точки 6a–6e относятся к пористому наноламинату-композиту Ti₃SiC₂ / TiC, имеющему различное соотношение пористости и содержания фазы TiC

Аналитически установлено, что в этом случае соотношение между твердостью, определяемой как работа, совершенная по вытеснению единицы объема материала $H_{wc} = W/V_c$, и твердостью, определяемой как сила, приложенная к единице площади проекции отпечатка пирамиды $H_{IT} = P_m/F_c$ в контактной области отпечатка, имеет вид $H_{wc} = 0,843 \cdot H_{IT}$. Коэффициент 0,843 является константой метода автоматического индентирования и близок по величине к отношению площадей основания трехгранной пирамиды и ее боковой поверхности (0,906). В связи с этим величину твердости H_{wc} можно вычислять непосредственно через первичные показатели диаграммы индентирования: $H_{wc} = 0,3526 P_m/h_c^2$.

Величины отношения работ W_s/W_c и соответствующих им глубин внедрения h_s/h_c находятся между собой в прямой пропорциональ-

ной зависимости: $W_s/W_c = 1,778 \cdot (h_s/h_c)$. В результате уравнение индентирования $H_{IT}/E^* = 0,3206 \cdot (h_s/h_c)$ принимает вид $H_{IT}/E^* = 0,1803 \cdot (W_s/W_c)$.

Установлены соотношения между всеми величинами работ, представленных на диаграмме автоматического индентирования:

$$W_e/W_m = W_s/W_c; W_{ce} = W_s^2/W_c; (W_s/W_c)^{\text{пред}} = 1; W_s^{\text{пред}} = W_c^{\text{пред}} = W_{ce}^{\text{пред}} = 0,5 \cdot W_m.$$

Использование величины работы W_c оказывается эффективным при индентировании материалов с градиентной структурой, когда индентор проникает сквозь несколько слоев материалов, различных по составу и структуре. Отклонение значений твердости от тарировочной зависимости является индикатором наличия в материале неоднородной структуры слоистого типа.

КАРТА СТРУКТУРНЫХ СОСТОЯНИЙ МАТЕРИАЛОВ

Связь твердости материалов, их внеконтактной упругой деформации и структурного состояния, определенные методом автоматического индентирования, может быть представлена в виде карты структурных состояний (рис. 5). На карте можно выделить три области значений ϵ_{es} , которые отличаются интервалом значений твердости H_{IT} находящихся в них материалов: I — $\epsilon_{es} \leq 1,3\%$; II — $\epsilon_{es} \approx 1,3-3\%$; III — $\epsilon_{es} \approx 3-5,5\%$. Сопоставление значений твердости материалов с их структурным состоянием показало, что в пределах каждой из четырех выделенных областей изученные материалы могут быть классифицированы по типу структурного состояния следующим образом.

В первых трех областях (I, IIa и IIб) располагаются материалы с кристаллической структурой.

I. Относительная внеконтактная упругая деформация не превышает величины $\epsilon_{es} \leq 1,3\%$. Интервал значений твердости определяется соотношением $H_{IT} = 3,256 \cdot \epsilon_{es} \cdot E^*$ и может достигать высоких значений, определяемых величиной контактного модуля упругости E^* . В этой области располагаются крупно-

кристаллические материалы, в основном металлы и их сплавы.

IIa. $\epsilon_{es} \approx 1,3-3\%$. Нижний предел твердости H_{IT} находится на уровне 2 ГПа, верхний — на уровне 6–7 ГПа. К этой области относятся мелкокристаллические материалы с размерами зерен, которые могут быть выявлены оптической микроскопией. Это, в первую очередь, однофазные и многофазные металлы и сплавы, подвергнутые различным способам термической и механической обработки.

IIб. Здесь располагаются материалы, как и в области IIa, с кристаллической структурой. Однако размеры структурных элементов находятся на наноуровне. Нанокристаллическое состояние материалов получают в особых условиях сложных видов обработки (очень высокие степени деформации, РКУ, трение, дробление, осаждение и др.). В этой области находятся также керамика, покрытия и пленки с кристаллической структурой. Нижний предел твердости у этих материалов находится на уровне 7–8 ГПа, верхний — на уровне нескольких десятков ГПа, но обычно не выше 40 ГПа, что обусловлено указанным выше соотношением $H_{IT} = 3,256 \cdot E^* \cdot \epsilon_{es}$.

III. В этой области упругая деформация ϵ_{es} изменяется в пределах $\epsilon_{es} = 3-5,56\%$, где значение $\epsilon_{es} = 5,56\%$ является предельно возможным при данном угле заточки индентора 65° [11, 12, 14]. Здесь располагаются материалы, в значительной доле которых (или полностью) отсутствует четко выраженная кристаллическая структура. Это материалы с квазикристаллической, аморфно-нанокристаллической, рентгеноаморфной и, главным образом, с аморфной структурой. В этих материалах аморфная фаза находится в таком состоянии и в таком преобладающем количестве, что определяет их физико-механические свойства (применительно к характеристикам индентирования — контактный модуль упругости E^* , относительную внеконтактную упругую деформацию ϵ_{es} и, как результат, твердость H_{IT}). Это — сплавы определенных многоэлемент-

них составов и определенным образом термически и механически обработанные. Значения твердости H_{IT} таких материалов, изученных в работе, находятся в пределах $H_{IT} = 8-14$ ГПа.

Таким образом, в каждой из четырех областей карты располагаются материалы с определенным типом структурного состояния, пределами возможного существования значений относительной внеконтактной упругой деформации ε_{es} и уровней твердости. Следовательно, карта позволяет идентифицировать тип структурного состояния материала с априори неизвестным структурным состоянием (для значений твердости, находящихся в пределах, представленных на ней). Такая карта существенно дополняет диаграмму структурных состояний, построенную на основе тарировочной прямой индентирования [11, 12, 14].

ПОЛЬЗОВАНИЕ МЕТОДОЛОГИЕЙ

Введенные новые показатели диаграммы индентирования и характеристики механических свойств материала и их соотношения дополняют те, которые представлены в Международном стандарте ISO 14577 [26]. В результате применение метода инструментального автоматического индентирования позволяет получить практически полную картину механических свойств и структурного состояния новых современных материалов любого фазового состава в любом структурном состоянии на образцах очень малых размеров.

Ниже представлен перечень характеристик механических свойств материалов, используемых Международным стандартом [26] и дополненный разработками авторов (выделенными жирным шрифтом). Формулы приведены для индентора Берковича (трехгранная пирамида с углом при вершине 65°).

Твердость при индентировании **с использованием приложенной силы P_{max}** в контактной области отпечатка глубиной h_c :

$$H_{IT} = P_{max} / 24,5 h_c^2,$$

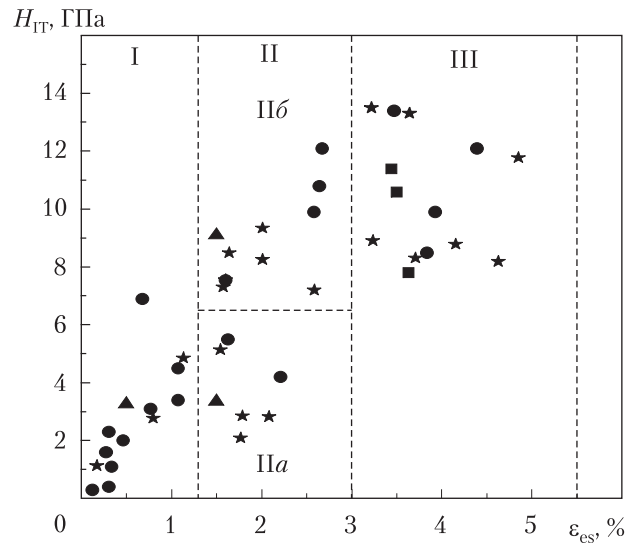


Рис. 5. Карта типов структурных состояний материалов представлена в координатах $H_{IT}-\varepsilon_{es}$ (твердость — относительная внеконтактная упругая деформация). Области структурных состояний: I — крупнокристаллическое (металлы и сплавы); IIa — мелкокристаллическое (одно- и многофазные сплавы, подвергнутые ТМО); IIб — нанокристаллическое (материалы, изготовленные и (или) обработанные в особых условиях; керамика; кристаллические покрытия и пленки); III — отсутствие (частичное или полное) кристаллического состояния. Преобладают аморфное, квазикристаллическое, аморфно-нанокристаллическое состояния

где $F_c = 24,5 h_c^2$ — площадь проекции отпечатка на глубине внедрения индентора h_c .

Предельно возможное значение твердости для данного материала в данных условиях индентирования:

$$H_{IT}^{пред} = 0,1803 E^*.$$

Твердость при индентировании с использованием работы W_c , выполненной приложенной силой F_{max} по вытеснению индентором материала в контактной области отпечатка:

$$H_{wc} = 0,125 W_c / h_c^3.$$

Соотношение между величинами твердости $H_{IT} = P_{max} / 24,5 h_c^2$ и $H_{wc} = 0,125 W_c / h_c^3$:

$$H_{wc} = 0,843 H_{IT}.$$

Модуль упругости при индентировании E^* — контактный модуль упругости:

$$E^* = 1,304 P_{max} / (h_s \cdot h_c).$$

Уравнение индентирования — тарировочная зависимость между показателями диаграммы индентирования и механическими характеристиками материала:
в общем виде

$$H_{IT}/E^* = 0,687 \operatorname{ctg} \alpha (h_s/h_c),$$

для индентора Берковича

$$H_{IT}/E^* = 0,3206 (h_s/h_c).$$

Сопrotивление материала механическому воздействию при индентировании:

$$H_{IT}/E^* = 0,3206 (h_s/h_c).$$

Ее предельно возможное значение:

$$(H_{IT}/E^*)_{\text{пред}} = 0,1803.$$

Общая (полная) контактная деформация при индентировании (включает упругую и пластическую деформации, а также возможное разрушение):

$$\varepsilon_c = \ln \sin \alpha.$$

Относительная внеконтактная упругая деформация при индентировании

$$\begin{aligned} \varepsilon_{es} &= \varepsilon_c (h_s/h_c) = 0,0984 (h_s/h_c) = \\ &= 0,307 (H_{IT}/E^*). \end{aligned}$$

Ее предельно возможное значение:

$$\varepsilon_{es}^{\text{пред}} = 0,05526 \approx 5,5 \%$$

Напряжение внеконтактной упругой деформации при индентировании:

$$\sigma_{es} = E^* \varepsilon_{es} = 0,307 H_{IT} = H_{IT} / 3,256.$$

Его предельно возможное значение:

$$\sigma_{es}^{\text{пред}} = 0,05526 E^* = E^* / 18,1.$$

Уравнение индентирования в виде соотношения между характеристиками прочности и деформации материала:

в общем виде

$$H_{IT} / E^* = 0,687 \cdot \operatorname{ctg} \alpha \cdot (\varepsilon_{es} / \varepsilon_c),$$

для индентора Берковича

$$H_{IT} / E^* = 3,256 \cdot \varepsilon_{es}.$$

Карта структурных состояний материалов.

На графиках зависимостей $h_s/h_c - H_{IT}/E^*$, а также $\varepsilon_{es} - H_{IT}$ установлены области типов

структурных состояний материалов в зависимости от конкретных соотношений величин E^* , ε_{es} и H_{IT} .

Ползучесть материала при индентировании C_{IT} .

Релаксация напряжения в материале при индентировании R_{IT} .

В методе инструментального автоматического индентирования величиной, которая определяет (контролирует) точность полученных значений показателей диаграммы индентирования, а следовательно и характеристик прочности и деформации материала, является величина отношения $(dP/dh)_{\text{hmax}}$. Действие компьютерного программного обеспечения процесса индентирования и обработки его результатов начинается с автоматического вычисления этой величины непосредственно по диаграмме индентирования в вершинной части ветви разгрузки.

Затем в автоматическом режиме вычисляются все остальные характеристики материала и соотношения между ними в соответствии с приведенными выражениями.

Наконец, по тарировочной прямой индентирования $h_s/h_c - H_{IT}/E^*$ или $\varepsilon_{es} - H_{IT}/E^*$ и карте структурных состояний $\varepsilon_{es} - H_{IT}$ на качественном уровне устанавливается тип структурного состояния материала.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Аналитически полученное и экспериментально подтвержденное уравнение индентирования $H_{IT} / E^* = 0,687 \cdot \operatorname{ctg} \alpha \cdot (h_s/h_c)$ является фундаментальным уравнением индентирования, так как оно отражает основные закономерности процесса индентирования и непосредственно устанавливает связь характеристик прочности и деформации материала с основными показателями автоматически записанной диаграммы индентирования. Для индентора Берковича оно принимает следующий вид соотношений: $H_{IT} / E^* = 0,3206 \times (h_s/h_c)$; $H_{IT} / E^* = 3,257 \cdot \varepsilon_{es}$; $H_{IT} = 0,307 \cdot \sigma_{es}$; $H_{IT} / E^* = 0,1803 \cdot (W_s/W_c)$.

Являясь тарировочной зависимостью, уравнение индентирования контролирует корректность выполненного эксперимента при индентировании. Кроме того, оно позволяет идентифицировать тип структурного состояния материала.

Введенные авторами новые показатели диаграммы индентирования и характеристики механических свойств материала дополняют те, которые представлены в Международном стандарте метода автоматического индентирования. В результате использование разработанной авторами новой методологии обработки и анализа результатов автоматического индентирования позволяет получить практически полную картину механических свойств и структурного состояния новых современных материалов любого фазового состава в любом структурном состоянии на образцах очень малых размеров. Данная методология является экспрессной и эффективной при оценке достигнутого различными методами уровня упрочнения материалов по отношению к теоретически возможному.

Методология вносит существенный вклад в развитие научных представлений об использовании метода автоматического индентирования материалов для определения механических свойств современных материалов (в том числе и предельных значений характеристик прочности и упругой деформации). Методология позволяет преодолеть значительные методические трудности, связанные с получением достоверных значений механических характеристик упругости, прочности и деформации материалов с особыми свойствами (в том числе и в наноструктурном состоянии), которые возникают при использовании традиционных методов испытания.

ЛИТЕРАТУРА

1. Булычев 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.

2. Булычев С.М. Достижения и перспективы испытания материалов непрерывным вдавливанием индентора // Заводская лаборатория. — 1992. — Т. 38, № 3. — С. 29—36.
3. Tabor D. Indentation hardness: fifty years on. A personal view // Phil. Mag. A. — 1996. — Vol. 74, No. 5. — P. 1207—1212.
4. Джонсон К. Механика контактного взаимодействия: Пер. с англ. — М.: Мир, 1989. — 510 с.
5. Мильман Ю.В. Новые методики микромеханических испытаний материалов методом локального нагружения жестким индентором // Сучасне матеріалознавство ХХІ сторіччя. — К.: Наук. думка, 1998. — С. 637—656.
6. Фирстов С.А., Роголь Т.Г., Свечников, В.Л. и др. Структура, механическое поведение и нанотвердость поликристаллических хромовых и молибденовых покрытий, полученных методом магнетронного распыления // Металлофизика и новейшие технологии. — 2003. — Т. 25, № 9. — С. 1153—1164.
7. Firstov S.A., Rogul T.G., Marushko V.T., Sagaydak V.A. Structure and microhardness of polycrystalline chromium produced by magnetron sputtering // Вопросы материаловедения. — 2003. — №1 (33). — С. 201—205.
8. Фирстов С.А., Роголь Т.Г., Дуб С.Н. и др. Влияние упруго-пластических характеристик подложки на микромеханическое поведение системы нанокристаллическая хромовая пленка—подложка при наноиндентировании // Металлофизика и новейшие технологии. — 2005. — № 2. — С. 125—133.
9. Фирстов С.А., Роголь Т.Г. Теоретическая (предельная) твердость // Доповіді НАН України. — 2007. — № 4. — С. 110—116.
10. Фирстов С.А., Горбань В.Ф., Печковский Э.П., Мамека Н.А. Уравнение индентирования // Доповіді Національної академії наук України. — 2007. — № 12. — С. 100—106.
11. Горбань В.Ф., Мамека Н.А., Печковский Э.П., Фирстов С.А. Идентификация структурного состояния материалов методом автоматического индентирования // Харьковская нанотехнологическая ассамблея — 2007. 23—27 апреля 2007 г., Харьков, Украина. Сб. докладов. Под общей редакцией И.М. Неклюдова, А.П. Шпака, В.М. Шулаева. — Т. I. Наноструктурные материалы. — С. 52—55.
12. Фирстов С.А., Горбань В.Ф., Печковский Э.П., Мамека Н.А. Связь прочностных характеристик материалов с показателями автоматического индентирования // Материаловедение. М: Изд-во «Наука и Технологии». — 2007. — № 11. — С. 26—31.
13. Doener M.F. and Nix W.D. Indentation problems // J. Mater. Res. — 1986. — Vol. 1. — P. 601—614.
14. Фирстов С.А., Горбань В.Ф., Печковский Э.П. Предельные деформации и напряжения в наномате-

- риалах // Сборник докладов. Харьковская нанотехнологическая ассамблея. Харьков, 2008. — Т. II. Наноматериалы — новые фавориты индустрии. — С. 145–153.
15. *Oliver W.C., Pharr G.M.* Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology // *J. Mater. Res.* — 2004. — Vol. 19, No. 1. — P. 3–21.
 16. *Musil J.* Hard and superhard nanocomposite coatings // *Surface and Coatings Technology.* — 2000. — Vol. 125. — P. 322–330.
 17. *Veprek S.* The search for novel, superhard materials // *J. Vac. Sci. Technol.* — 1999. — V. 17. — P. 2401–2420.
 18. *Cheng Yang-Tse, Cheng Che-Min.* Relationships between hardness, elastic modulus, and the work of indentation // *Appl. Phys. Lett.* — 1998. — Vol. 73, No. 5. — P. 614–619.
 19. *Мильман Ю.В., Галанов Б.А., Чугунова С.И.* Характеристика пластичности, получаемая при измерении твердости // Препринт ИПМ АН Украины. — 1992. — 26 с.
 20. *Носкова Н.И., Корзников А.В., Идрисова С.Р.* Структура, твердость и особенности разрушения наноструктурных материалов // *Физ. мет. и металловедение.* — 2000. — Т. 89, № 4. — С. 103–110.
 21. *Галанов Б.А., Григорьев О.Н.* Аналитическая модель индентирования хрупких материалов // *Электронная микроскопия и прочность материалов.* — 2006. — Т. 13. — С. 4–42.
 22. *McHargue C.J.* Indentation testing of thin films and hard materials // *Thin Solid Films.* — 1988. — V. 162. — P. 363–375.
 23. *Aznakayev E.* Micron — Gamma for Estimation the Physico-mechanical Properties of Micro-materials // *Proceedings of the International Conference «Small Talk — 2003», San Diego, California, USA, 2003 — TP.001.* — P. 8–10.
 24. *Закарян Д.А., Картузов В.В.* Расчет теоретической прочности алмазоподобных материалов // *Доповіді НАН України.* — 2006. — № 7. — С. 94–100.
 25. *Галанов Б.А., Григорьев О.Н., Мильман Ю.В.* Определение твердости и модуля Юнга при внедрении индентора // *Докл. АН СССР.* — 1984. — Т. 274, № 4. — С. 815–818.
 26. *ISO 14577-1:2002(E).* Instrumented indentation test for hardness and materials parameters — Part 1: Test method. Date: 2002-09-22.

С.О. Фірстов, В.Ф. Горбань, Е.П. Печковський

НОВІ МЕТОДОЛОГІЧНІ МОЖЛИВОСТІ
ВИЗНАЧЕННЯ МЕХАНІЧНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ
СУЧАСНИХ МАТЕРІАЛІВ МЕТОДОМ
АВТОМАТИЧНОГО ІНДЕНТУВАННЯ

Представлено розроблену авторами нову методологію обробки й аналізу результатів автоматичного індентування матеріалів. Основою методології є фізично обґрунтоване й експериментально підтвержене рівняння індентування, що встановлює зв'язок між механічними властивостями матеріалу (у тому числі їхніми граничними значеннями) і показниками автоматично записаної діаграми індентування. Використання методології дозволяє одержувати практично повну картину механічних властивостей і структурного стану нових сучасних матеріалів будь-якого фазового складу в будь-якому структурному стані на зразках дуже малих розмірів.

Ключові слова: індентування, позаконтактна глибина заглиблення індентора, контактний модуль пружності, рівняння індентування, карта структурних станів, гранична твердість.

S.A. Firstov, V.F. Gorban, E.P. Pechkovsky

NEW METHODOLOGICAL OPPORTUNITIES
OF MODERN MATERIALS MECHANICAL
PROPERTIES DEFINITION BY THE AUTOMATIC
INDENTATION METHOD

Developed by the authors new methodology of processing and analysis of material automatic indentation results is submitted. Physically proved and experimentally confirmed equation of an indentation, which establishes connection between mechanical properties of materials (including their limiting values) and parameters of automatically written down indentation diagram is a basis of the methodology. Its use allows receiving practically full picture of mechanical properties and structural state of new modern materials with any phase composition in any structural state of samples with very small sizes.

Key words: an indentation, non-contact depth of indenter penetration, contact elastic modulus, equation of indentation, map of structural states, limiting hardness.

Надійшла до редакції 25.06.10