

УДК 661.65:661.55

В. И. Куц*, **С. Н. Дуб**, **Р. С. Шмегера**, **Ю. В. Сирота** (г. Киев)

Г. Н. Толмачева (г. Харьков)

*vkushch@bigmir.net

Методика множественного индентирования для определения параметров твердости структурно-неоднородных материалов

Предложена методика многократного индентирования как перспективный способ исследования поверхностных свойств структурно-неоднородных тел. Она применима к широкому кругу многофазных (в том числе сверхтвердых) материалов, керамики и металлов и позволяет оценить средние значения свойств отдельных фаз и композита в целом, а также степень неоднородности твердости образца на различных масштабных уровнях. Такая информация является важной при прогнозировании износа и обрабатываемости структурно-неоднородных материалов. Приведены экспериментальные и модельные результаты, подтверждающие работоспособность методики.

Ключевые слова: твердость, индентирование, структурно-неоднородный материал, модель, статистический анализ.

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время известны методы индентирования на макроуровне [1–3]. Эти методы ориентированы на измерение макротвердости однородных пластичных материалов, преимущественно металлов и сплавов. В механике горных пород, ввиду их структурной неоднородности и хрупкости, используется понятие агрегатной (усредненной) твердости. Общим для этих методов является то, что размер отпечатка индентора многократно превышает характерный размер структурной неоднородности материала. Метод определения микротвердости [4] предназначен для оценки твердости малых (микроскопических) объемов материалов, в частности отдельных фаз или структурных составляющих сплавов. При измерении микротвердости чаще всего используется индентор Виккерса в диапазоне нагрузок от 0,05 до 5 Н. Интенсивно развивающийся в последние годы метод наноиндентирования [5–7] ориентирован на исследование механических свойств нанообъемов материалов и тонких пленок при очень малых нагрузках. Метод основан на анализе кривой нагрузка–перемещение индентора, по которой определяют твердость и модуль упругости материала. Нанотвердомеры, как правило, оснащены индентором Берковича, а глубина отпечатка составляет от единиц до сотен нанометров.

Несмотря на различие масштабного уровня перечисленных выше методик, все они предполагают однородность исследуемого материала. Это предположение находится в очевидном противоречии с тем фактом, что абсолютное большинство реальных материалов являются структурно-неоднородными и зачастую характеризуются существенной объемной неоднородностью свойств. Это приводит к значительному разбросу получаемых методом ин-

дентирования значений твердости таких материалов. Поэтому для исследования структурно-неоднородных материалов представляется целесообразным применение излагаемой ниже методики многократного индентирования с последующей статистической обработкой результатов измерений. Такой подход является перспективным по крайней мере в двух отношениях. Во-первых, статистический анализ позволяет существенно снизить инструментальную погрешность и оценить реальную точность полученных данных. Во-вторых, что даже более важно, он дает существенную дополнительную информацию об исследуемом материале, в частности оценку степени неоднородности твердости по образцу и ее статистические характеристики при исследовании на различных масштабных уровнях. Такая информация является важной при прогнозировании износа и обрабатываемости структурно-неоднородных материалов (например, [8–10]).

МАСШТАБНЫЙ ФАКТОР ПРИ ИНДЕНТИРОВАНИИ СТРУКТУРНО-НЕОДНОРОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ

При исследовании структурно-неоднородных материалов методом индентирования имеем дело как минимум с двумя размерными величинами. Одна из них – размер отпечатка, вторая – характерный размер неоднородности структуры. Как следствие, результаты индентирования существенно зависят от соотношения указанных размеров, т. е. имеет место масштабный фактор.

Для простоты рассмотрим материал, состоящий из двух фаз с различными механическими свойствами и характерным размером неоднородности d (рис. 1). Размер отпечатка индентора Викерса определяется глубиной h или длиной стороны квадрата $l \approx 5h$. Если глубина отпечатка намного меньше характерного размера фазы ($h \ll d$), то результат испытания определяется свойствами материала одной из фаз. При проведении большого числа испытаний вероятность встретить ту или иную фазу равна удельной площади, занимаемой этой фазой на изучаемой поверхности. Если же максимальная глубина отпечатка значительно больше характерного размера неоднородностей ($h \gg d$), то из такого эксперимента определяются средние в статистическом смысле свойства структурно-неоднородного материала.

Кроме характерного размера неоднородности (например, размера включений), обозначенного как d , необходимо также ввести в рассмотрение характерный размер d_s объема материала, деформируемого при индентировании многофазного материала. Результат индентирования зависит главным образом от свойств материала в окрестности вершины индентора, поэтому в качестве d_s можно взять диаметр полусферы под индентором, определяемой изолиниями результирующего поля напряжений. При $d_s < d$ индентирование ограничено одной фазой и характеризует ее свойства. Деформируемый объем зависит от глубины индентирования h , геометрии индентора и свойств исследуемого материала – модуля Юнга E , коэффициента Пуассона ν , твердости H , угла внутреннего трения α и характерного размера неоднородности d . Размерный анализ проблемы дает [11]

$$\frac{d_s}{h} = \Pi_{d_s} \left(\theta, \frac{E}{H}, \nu, \alpha, \frac{h}{d} \right). \quad (1)$$

Первые четыре инварианта – это свойства структурно-неоднородного материала, тогда как h/d связывает размер отпечатка с характерным размером неоднородности. Если h/d стремится к нулю, то h является единственной мерой длины в бесконечном полупространстве и проблема удовлетворяет

условию самоподобия. Определенные индентированием свойства (E, H) при $h \ll d$ являются характеристиками фазы размером d , тогда как испытание при $h \gg d$ определяет свойства композита.

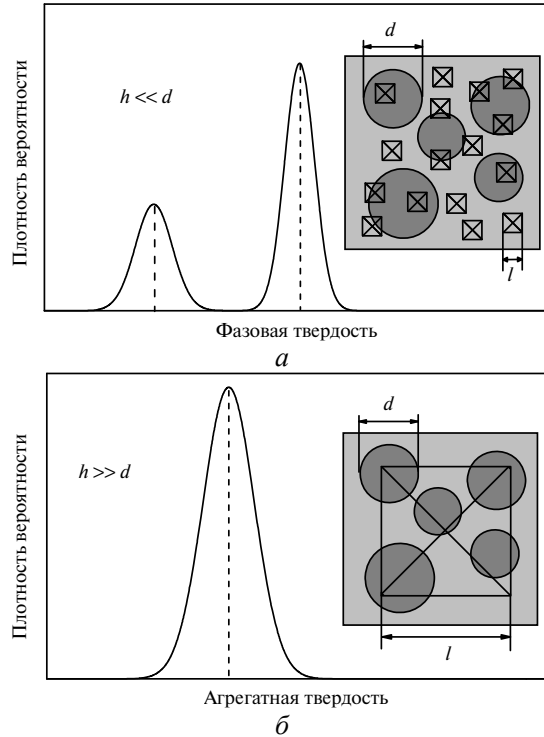


Рис. 1. Схема индентирования структурно-неоднородных материалов: малая (a) и большая (b) глубина индентирования.

Таким образом, классический метод инструментального индентирования может быть расширен на класс гетерогенных материалов при условии надлежащего выбора глубины индентирования, которая, в свою очередь, зависит от характерного размера неоднородности. Это требует проведения серии испытаний с последующим статистическим анализом полученных данных. Выбор критической глубины индентирования $h_{кр}$, при которой свойства фазы еще можно надежно измерить индентированием, обоснован данными как аналитических, так и численных исследований. Так, целью численного моделирования в [12] было измерение твердости коническим индентором почти идеально жестко-пластической двухфазной системы. Как показали расчеты, для радиуса контакта $< 0,7d$ твердость отдельной фазы измеряется корректно, при этом $h_{кр}$ слабо зависит от формы индентируемой фазы и определяется в первую очередь его характерным размером d .

СТАТИСТИКА МНОГОКРАТНОГО ИНДЕНТИРОВАНИЯ

Наличие масштабного фактора при исследовании методом индентирования структурно-неоднородных материалов приводит к усложнению методики анализа результатов. Первый возникающий при этом вопрос – это выбор функции распределения для каждого пика эмпирической или частотной плотности распределения, однозначно определяемой своими статистическими моментами. Если бы измерения и сам материал были идеальны, то для

малых отпечатков следовало бы ожидать плотность распределения в виде отдельных пиков, характеризующихся только первым моментом (средним значением). Однако существует ряд причин, приводящих к размытию пиков гистограммы. Во-первых, сами измерения вносят случайную погрешность. Во-вторых, свойства каждой фазы имеют свою собственную внутреннюю изменчивость. В-третьих, отпечатки индентора не бесконечно малы. Поэтому анализ экспериментальных данных требует учета статистических моментов более высокого порядка.

Используемые в дальнейшем обозначения статистических параметров соответствуют [13]. Интегральная функция распределения непрерывной случайной величины ξ есть

$$F_{\xi}(x) = \Pr(\xi \leq x) = \int_{-\infty}^x p_{\xi}(t) dt, \quad (2)$$

где $p_{\xi}(t) = \frac{d}{dx} F_{\xi}(x)$ – плотность вероятности. Среднее значение (математическое ожидание) E , дисперсия D и среднеквадратическое (стандартное) отклонение SD случайной величины ξ определяются соотношениями

$$E[\xi] = \int_{-\infty}^{\infty} t dF_{\xi}(t); \quad D[\xi] = (SD[\xi])^2 = \int_{-\infty}^{\infty} (t - E[\xi])^2 dF_{\xi}(t). \quad (3)$$

Соответствующие эмпирические параметры для конечного набора N реализаций случайной величины (в нашем случае упорядоченная выборка результатов измерений) $\xi = \{\xi_n\}_{n=1}^N$ имеют вид

$$\hat{E}[\xi] = \frac{1}{N} \sum_{n=1}^N \xi_n; \quad \hat{D}[\xi] = \frac{1}{N-1} \sum_{n=1}^N (\xi_n - \hat{E}[\xi])^2 \quad (4)$$

Эмпирическая функция распределения для конечной выборки равна

$$\hat{F}_{\xi}(x) = \Pr(\xi_n \leq x) = \sum_{\xi_n \leq x} p_n, \quad (5)$$

где p_n – вероятность $\Pr(\xi = \xi_n)$ в данном эксперименте.

Как установлено в [14], для статистического описания механических свойств каждой фазы применимо нормальное распределение, определяемое средним значением $E[\xi] = \mu_{\xi}^j$ и стандартным отклонением $SD[\xi] = s_{\xi}^j$:

$$p_{\xi}(x) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}s_{\xi}} \exp\left[-\frac{(x - \mu_{\xi})^2}{2s_{\xi}^2}\right]. \quad (6)$$

Для идентификации его параметров используют эмпирическую функцию распределения $\hat{F}_{\xi}(x)$ (формула (5)). В нашем случае

$$\hat{F}_{\xi}(\xi_i) = \frac{1}{N} \left(i - \frac{1}{2}\right), \quad i = 1, 2, \dots, N. \quad (7)$$

В общем случае предполагается, что структурно-неоднородный материал состоит из n фаз с достаточной контрастностью механических свойств, при

этом объемное/поверхностное содержание фазы j равно c_j . Среднее значение $E[\xi] = \mu_\xi^j$ и стандартное отклонение $D[\xi] = s_\xi^j$ для каждой фазы определяют путем минимизации функции [14]

$$\sum_{i=1}^N \left(\sum_{j=1}^n c_j \Phi(\xi_i; \mu_\xi^j, s_\xi^j) - \hat{F}_\xi(\xi_i) \right)^2. \quad (8)$$

Условие для объемных долей различных фаз очевидно: $\sum_{j=1}^n c_j = 1$.

ПРОВЕРКА МЕТОДИКИ: ВИРТУАЛЬНЫЙ ЭКСПЕРИМЕНТ

Предлагаемая методика применима к исследованию гетерогенных структур общего вида. Для проверки ее работоспособности и демонстрации потенциальных возможностей методики, проведем следующий компьютерный эксперимент для двухфазного композитного материала, состоящего из одной непрерывной фазы (матрицы) и случайно расположенных дискретных включений второй фазы. Для уменьшения количества параметров, включения предполагаются круглыми и одинаковыми по размеру (диаметром d). Положение отпечатка индентора Виккерса в пределах структурной ячейки при многократном индентировании определяется либо датчиком случайных чисел либо узлами равномерной сетки. Последнее возможно реализовать в эксперименте при использовании нанотвердомера с программируемым режимом работы. Рассматривали три размера отпечатка l (см. рис. 1), а именно: $l = 0,1d$ (малый отпечаток), $l = d$ (средний отпечаток) и $l = 3d$ (большой отпечаток).

Следуя [14], предполагаем твердость материалов матричной фазы H_1 и включений H_2 распределенной по нормальному закону (6) с параметрами μ^1, s^1 и μ^2, s^2 соответственно. В случае, когда часть f_1 площади отпечатка $S_1 = f_1 l^2$ занята матричной фазой, а $S_2 = f_2 l^2$ ($f_1 + f_2 = 1$, $S = S_1 + S_2$) – включениями, измеренная твердость предполагается пропорциональной парциальным долям фаз: $H = f_1 H_1 + f_2 H_2$. Для практических расчетов положим $\mu^1 = 3,5$ ГПа, $\mu^2 = 9,25$ ГПа и $s^1 = s^2 = 0,7$ ГПа.

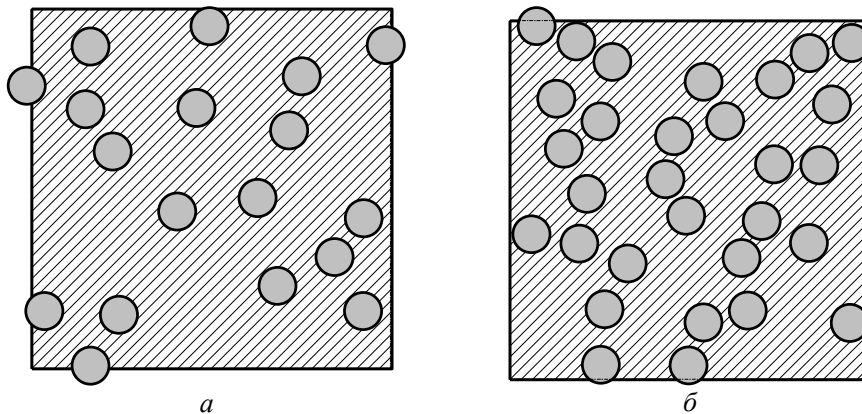


Рис. 2. Представительная ячейка структуры модельного двухфазного материала с различным содержанием дисперсной фазы $c_2 = 1 - c_1$: $c_2 = 0,15$ (а), $0,3$ (б).

На рис. 3–5 приведены расчетные гистограммы плотности распределения твердости двухфазного композита при указанных параметрах, а также результаты их аппроксимации функцией (8). Для обеспечения статистической значимости расчетных данных, для каждого набора параметров случайная выборка по твердости состояла из 10^4 значений, а диапазон изменения разбивался на 50 интервалов равной длины. Поскольку геометрическая модель построена с использованием вероятностного подхода, способ выбора точек индентирования не имеет значения. Как показывает опыт вычислений, периодический (квадратный) и неупорядоченный наборы отпечатков дают практически совпадающие значения твердости.

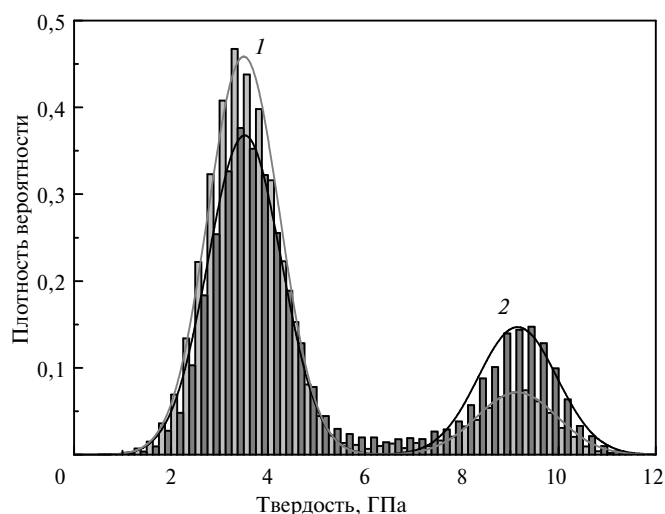


Рис. 3. Расчетная гистограмма плотности распределения твердости в модельном композите с $c_2 = 0,15$ (1) и $c_2 = 0,3$ (2); размер отпечатка $l = 0,1d$; сплошная кривая – аппроксимация формулой (8).

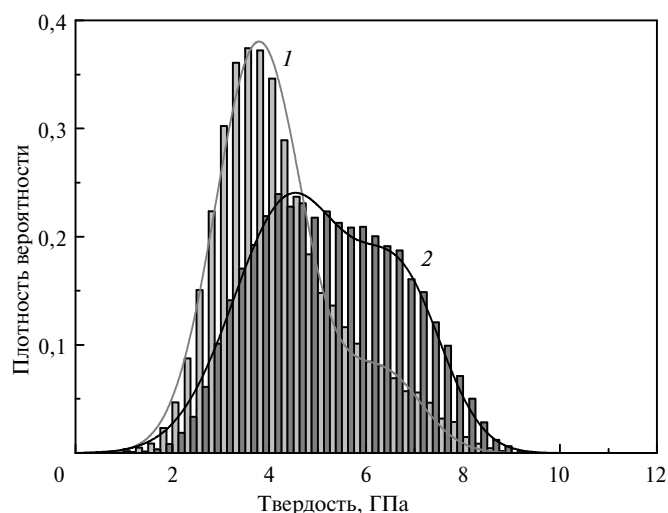


Рис. 4. Расчетная гистограмма плотности распределения твердости в модельном композите с $c_2 = 0,15$ (1) и $c_2 = 0,3$ (2); размер отпечатка $l = d$; сплошная кривая – аппроксимация формулой (8).

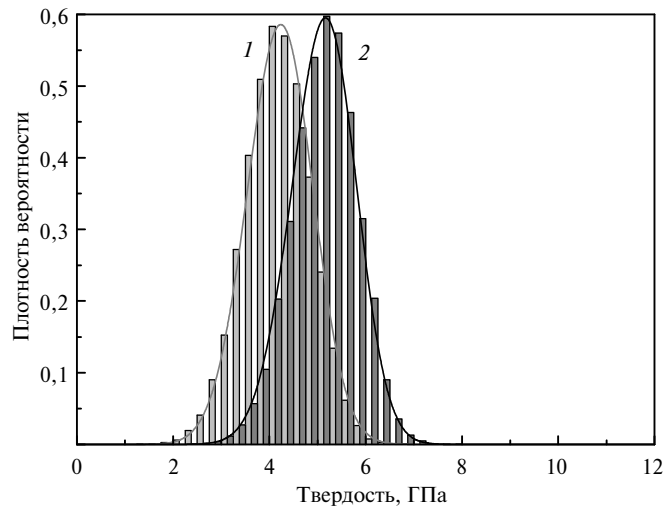


Рис. 5. Расчетная гистограмма плотности распределения твердости в модельном композите с $c_2 = 0,15$ (1) и $c_2 = 0,3$ (2); размер отпечатка $l = 4d$; сплошная кривая – аппроксимация формулой (8).

Как видно на приведенных рисунках, функция (8) обеспечивает удовлетворительную аппроксимацию результатов компьютерного моделирования во всем диапазоне соотношений l/d . Полученные путем решения оптимизационной задачи значения параметров μ^1, s^1 и μ^2, s^2 приведены в табл. 1.

Таблица 1. Результаты аппроксимации эмпирических гистограмм функцией (8)

	$l = 0,1d$		$l = d$		$l = 4d$	
c_2	0,15	0,30	0,15	0,30	0,15	0,30
μ^1 , ГПа	3,50	3,52	3,79	4,46	4,31	5,31
s^1 , ГПа	0,74	0,76	0,89	1,18	0,64	0,59
μ^2 , ГПа	9,14	9,15	6,34	6,76	3,64	4,65
s^2 , ГПа	0,83	0,81	0,80	0,85	0,61	0,61
E , ГПа	4,35	5,22	4,29	5,21	4,21	5,11
SD , ГПа	2,10	2,61	1,32	1,47	0,67	0,67

Из таблицы следует, что в случае малых (по сравнению с включением) отпечатков “восстановленные” значения статистических параметров близки к исходным. Это дает основания говорить о корректности методики и достоверности результатов моделирования. Более важный вывод состоит в том, что методика обеспечивает адекватное определение статистических параметров твердости отдельных фаз при условии $h \ll d$. Для случая $h \gg d$ моделирование предсказывает сближение статистических параметров. Из рис. 3–5 и табл. 1 следует, что по мере увеличения нагрузки/отпечатка статистическое распределение твердости приближается к стандартному нормальному распределению со средними значениями 4,2 ГПа для $c_2 = 0,15$ и 5,1 ГПа для $c_2 = 0,3$. Заметим, что указанные средние значения твердости практически совпадают с вычисленными по результатам моделирования эмпирическими средними E (предпоследняя строка табл. 1), при этом размерный эффект мал.

Напротив, стандартное отклонение SD (последняя строка табл. 1) вполне ожидаемо увеличивается с уменьшением размера отпечатка и поэтому может быть использовано в качестве косвенной характеристики степени неоднородности структуры материала.

ПРОВЕРКА МЕТОДИКИ: НАТУРНЫЙ ЭКСПЕРИМЕНТ

Тестирование предложенной методики было проведено на двухфазном материале, полученном интенсивным электроспеканием порошков никеля и олова [15, 16]. По аналогии с модельным экспериментом, были взяты два образца с массовым содержанием олова 6 и 12 %, обозначаемые далее как Ni-6Sn и Ni-12Sn соответственно. Интенсивное электроспекание образцов осуществляли путем прямого пропускания тока промышленной частоты через образец при одновременном приложении к нему давления 150 МПа. Исследование спеченного образца методом сканирующей электронной микроскопии в [16] показало, что его структура практически свободна от пор, макроскопически однородна и состоит из двух фаз – никеля и интерметаллида Ni_3Sn . Объемное содержание интерметаллида в спеченном материале в 2,5 раза превышает содержание олова в исходной смеси, поэтому, как и в модельном эксперименте, $c_2 = 0,15$ для Ni-6Sn и $c_2 = 0,3$ для Ni-12Sn. Что важно для данного исследования, материал имеет развитую микроструктуру с характерным размером d порядка 10 мкм (рис. 6) и обладает значительным контрастом свойств фаз.

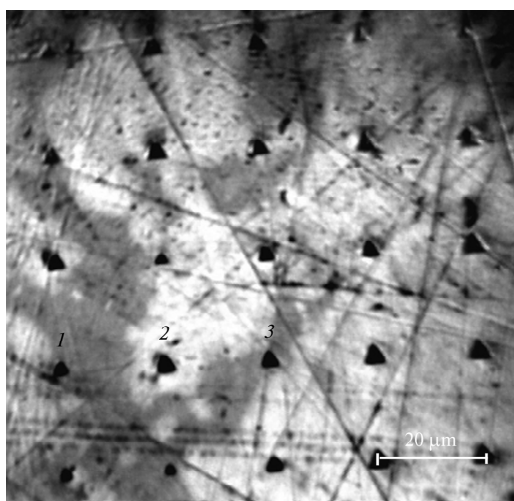


Рис. 6. Фрагмент структуры Ni-6Sn с квадратной сеткой отпечатков: отпечаток в интерметаллиде (1), в никеле (2), в смеси фаз (3); расстояние между отпечатками – 20 мкм.

Испытания при малой (5 мН) нагрузке были проведены на приборе Nano Indenter G200 (“Agilent Technologies”, США). На каждом из образцов было проведено по 200 испытаний, при этом отпечатки располагали в квадратном порядке на расстоянии 20 мкм друг от друга (см. рис. 6). Светлые участки на снимке соответствуют никелю, темные – интерметаллиду Ni_3Sn . Даже невооруженным глазом видно, что отпечаток 2 в никеле значительно больше – а, следовательно, твердость ниже, чем в интерметаллидной фазе (отпечаток 1). Соответствующие этим отпечаткам кривые нагрузка–перемещение индентора приведены на рис. 7, откуда следует что максимальная глубина внедрения

индентора в никель при нагрузке 5 мН составляет ~ 220 нм, тогда как в Ni₃Sn – лишь 130 нм. Как известно, твердость пропорциональна квадрату линейного размера отпечатка, следовательно твердости фаз различаются примерно втрое.

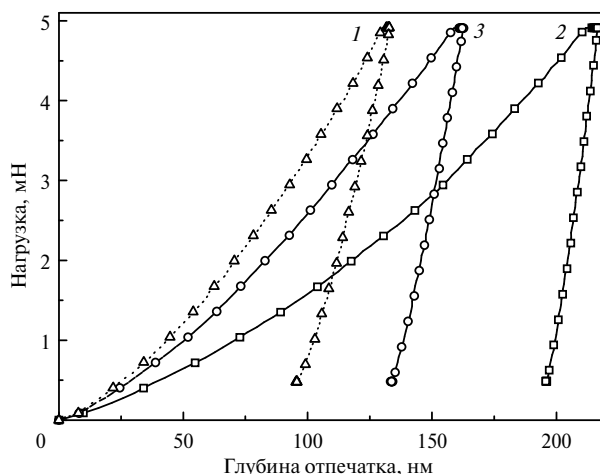


Рис. 7. Кривые нагрузка–перемещение наноиндентора для интерметаллидной (1), никелевой (2) и смешанной (3) фаз материала Ni–6Sn.

Построенные по результатам этих испытаний гистограммы (эмпирические плотности вероятности) для материалов Ni–6Sn и Ni–12Sn приведены на рис. 8 и 9 соответственно. Результаты аппроксимации эмпирических гистограмм функцией (8) показаны на этих рисунках сплошной линией, а идентифицированные параметры распределения приведены в первых двух колонках табл. 2. Эти данные качественно близки к приведенным на рис. 3 и в табл. 1. Это вполне ожидаемый результат, поскольку размер отпечатка l составляет порядка 1 мкм, т. е. выполняется условие $l \approx 0,1d$. Близость предсказываемых моделью и измеренных значений предопределена подходящим выбором входных параметров для виртуального эксперимента (см. выше). Примечательно, что вычисленные по формуле (4) эмпирические средние равны 4,3 и 5,0 ГПа для Ni–6Sn и Ni–12Sn соответственно, т. е. практически совпадают с полученными в виртуальном компьютерном эксперименте.

Таблица 2. Результаты аппроксимации эмпирических гистограмм функцией (8)

Прибор	Nano Indenter G200 индентор Берковича $P = 5$ мН		ПМТ-3 индентор Виккерса $P = 20$ Г		ПМТ-3 индентор Виккерса $P = 200$ Г	
	Ni–6Sn	Ni–12Sn	Ni–6Sn	Ni–12Sn	Ni–6Sn	Ni–12Sn
μ^1 , ГПа	3,55	3,83	2,08	2,02	1,39	1,44
s^1 , ГПа	0,54	0,90	0,67	0,34	0,43	0,26
μ^2 , ГПа	9,21	8,34	3,95	3,69	2,38	2,35
s^2 , ГПа	0,82	1,22	0,49	0,23	0,18	0,11
E , ГПа	4,33	5,0	2,50	2,43	1,62	1,63
SD , ГПа	1,79	2,13	1,26	0,75	0,58	0,27

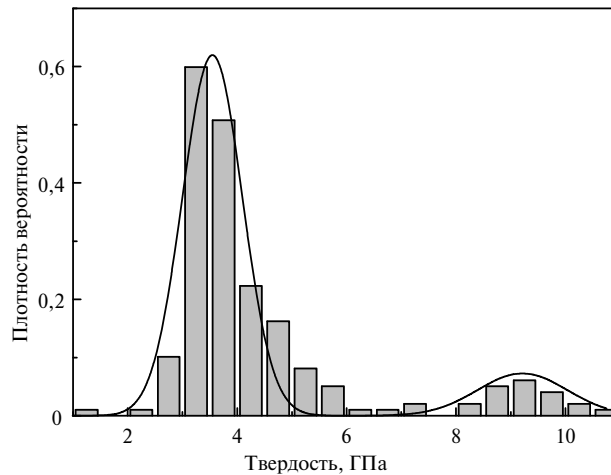


Рис. 8. Гистограмма твердости Ni-6Sn ($c_2 = 0,15$, $P = 5$ мН); сплошная кривая – аппроксимация формулой (8).

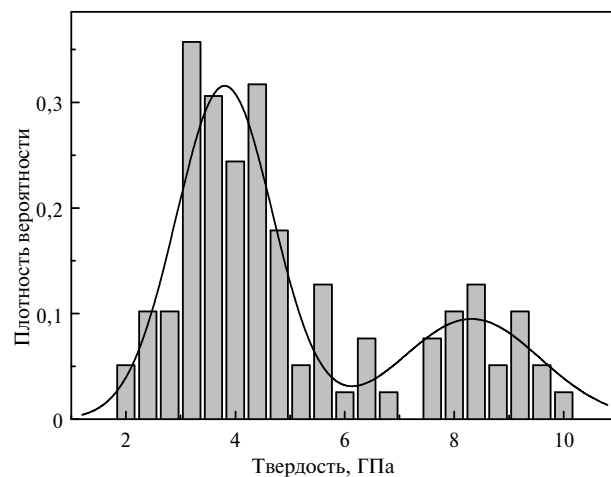


Рис. 9. Гистограмма твердости в Ni-12Sn ($c_2 = 0,3$, $P = 5$ мН); сплошная кривая – аппроксимация формулой (8).

В табл. 2 приведены также результаты аналогичного статистического анализа данных по микротвердости ($P = 20$ Г) и макротвердости ($P = 200$ Г) Ni-6Sn и Ni-12Sn, полученных с помощью твердомера ПМТ-3. Эти результаты существенно отличаются от наблюдаемых в компьютерном эксперименте, где эмпирические средние были нечувствительны к величине нагрузки. Поэтому уменьшение средней твердости по мере увеличения нагрузки однозначно связано с размерным эффектом твердости. При малых нагрузках твердость сильно зависит от глубины отпечатка: согласно [17], твердость по Викерсу никеля марки Ni 200 равна 1,7 ГПа для $h > 20$ мкм, 2,2 ГПа для $h = 10$ мкм и 3,7 ГПа для $h = 1$ мкм. Последнее значение близко к μ^1 , полученному путем статистического анализа массива экспериментальных данных для двух различных материалов, что позволяет говорить как о достоверности этих данных, так и о применимости методики для оценки твердости отдельных фаз структурно-неоднородного материала. Насколько известно авторам, в литературе отсутствует информация о механических свойствах интерметаллида Ni₃Sn. Данная методика прогнозирует его твердость в пределах 8,4–

9,2 ГПа. Эти значения, равно как и зависимость нагрузка–перемещение индентора для Ni₃Sn (см. рис. 7, кривая 3) получены впервые.

ВЫВОДЫ

Методика многократного индентирования является перспективным способом изучения поверхностных свойств составляющих фаз в структурно-неоднородных материалах. Эта методика применима к широкому кругу многофазных (в частности, сверхтвердых) материалов, керамики и металлов и позволяет оценить средние значения свойств отдельных фаз композита, а также их объемное содержание.

Приведенные экспериментальные и модельные результаты по твердости композитных материалов свидетельствуют о работоспособности методики и ее достаточной разрешающей способности. Характерно, что распределение твердости на уровне компонентов является нормальным, а на макроуровне изменяется в зависимости от нагрузки на индентор. При использовании техники инструментального индентирования с записью диаграммы внедрения индентора аналогичный подход может быть распространен на исследование упругих и пластических свойств структурно-неоднородных материалов.

Функция (8) обеспечивает удовлетворительную аппроксимацию результатов измерения твердости во всем диапазоне соотношений размера отпечатка и характерного размера неоднородности. Получаемые дополнительные данные об исследуемом материале включают оценку степени неоднородности твердости по образцу и ее статистические характеристики на различных масштабных уровнях могут быть использованы для более точного прогнозирования износа и обрабатываемости структурно-неоднородных материалов.

Целесообразно дальнейшее развитие методики путем учета типа микроструктуры, способа определения характерного размера неоднородности, а также введения в рассмотрение “физических” размерных эффектов, проявляющихся при малых и сверхмалых нагрузках на индентор.

Запропоновано методику багаторазового індентування як перспективний спосіб дослідження поверхневих властивостей структурно-неоднорідних тіл. Вона застосовна до широкого кола багатофазних (у тому числі надтвердих) матеріалів, кераміки і металів і дозволяє оцінити середні значення властивостей окремих фаз і композиту в цілому, а також ступінь неоднорідності твердості зразка на різних масштабних рівнях. Така інформація є важливою при прогнозуванні зносу і оброблюваності структурно-неоднорідних матеріалів. Наведено експериментальні та модельні результати, що підтверджують працездатність методики.

Ключові слова: твердість, індентування, структурно-неоднорідний матеріал, модель, статистичний аналіз.

The technique of multiple indentation is suggested as a promising way to study the surface properties of structurally inhomogeneous bodies. It is applicable to a wide range of multi-phase materials (including the superhard ones), ceramics and metals, and allows us to estimate the average values of the individual phases and the composite as a whole, as well as the hardness heterogeneity degree of the sample at different length scales. This information is important for predicting the wear and machinability of heterogeneous materials. The experimental data and simulation results confirm robustness of this technique.

Keywords: hardness, indentation, heterogeneous solid, model, statistical analysis.

1. Tabor D. Hardness of metals. – Oxford: Oxford University Press, 1951. – 175 p.
2. Джонсон К. Механика контактного взаимодействия. – М.: Мир, 1989. – 510 с.

3. Булычев С. И., Алехин В. П. Испытание материалов непрерывным вдавливанием индентора. – М.: Машиностроение, 1990. – 223 с.
4. ГОСТ 9450–76. Измерение микротвердости вдавливанием алмазных наконечников.
5. 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. – 6. – P. 1564–1583.
6. Fischer-Cripps A. C. Nanoindentation. – New York: Springer, 2004. – 276 p.
7. Куц В. И., Дуб С. Н. Оценка упруго-пластических свойств материалов по данным наноиндентирования и компьютерного моделирования. 1. Состояние проблемы (литературный обзор) // *Сверхт. материалы.* – 2012. – № 3. – С. 3–12.
8. Федорченко И. М. Современные представления о механизме трения и износа и основные тенденции в развитии композиционных материалов триботехнического назначения – Обзор // *Порошковая металлургия.* – 1979. – № 4. – С. 53–65.
9. Zhang Z., Zhang L., Mai Y.-W. Modelling friction and wear of scratching ceramic particle reinforced metal composites // *Wear.* – 1994. – 176. – P. 231–237.
10. *Сверхтвердые материалы. Получение и применение: В 6 т. / Под общ. ред. Н. В. Новикова; НАН Украины. Ин-т сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля.* – Т. 5: *Обработка материалов лезвийным инструментом / Под ред. С. А. Клименко.* – Киев, 2006. – 316 с.
11. Randall N. X., Christoph R., Droz S., Julia-Schmutz C. Localized micro-hardness measurements with a combined scanning force microscope/nanoindentation system // *Thin Solid Films.* – 1996. – 291. – P. 348–354.
12. Durst K., Goken M., Vehoff H. Finite element study for nanoindentation measurements on two-phase materials // *J. Mater. Res.* – 2004. – 19. – P. 85–93.
13. Крамер Г. Математические методы статистики. – М.: Мир, 1975. – 648 с.
14. Randall N. X., Vandamme M., Ulm F.-J. Nanoindentation analysis as a two-dimensional tool for mapping the mechanical properties of complex surfaces // *J. Mater. Res.* – 2009. – 24, N 3. – P. 679–690.
15. Шмегера Р. С. Интенсивное электроспекания металлических матриц алмазосодержащих композитов в присутствии жидкой фазы // *Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения.* – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, ИПЦ АЛКОН НАНУ, 2012. – Вып. 15. – С. 507–510.
16. Шмегера Р. С., Куц В. И., Майстренко А. Л. Металева зв'язка на основі нікелю для інтенсивного електроспекання алмазовмісних композитів // *Сверхтв. материалы.* – 2014. – № 6. – С. 44–53.
17. Yovanovich, M.M. Micro and macro hardness measurements, correlations, and contact models (Conference Paper) // 44th AIAA Aerospace Sciences Meeting 2006, Reno, NV, US, 9–12 January 2006. – Collection of Technical Papers, 2006. – 16. – P. 11702–11729.

Ин-т сверхтвердых материалов

Поступила 15.09.14

им. В. Н. Бакуля НАН Украины

Харьковский физико-технический ин-т