

Два способа определения твердости современных материалов методом автоматического индентирования

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

Методом автоматического индентирования материалов различных типов и структурных состояний (всего 36 материалов) установлено, что значения твердости, определенные по методике Международного Стандарта $H_{IT} = 0,418 F_{max}/h_c^2$ и с использованием работы W_c , выполненной приложенной силой F_{max} по вытеснению индентором материала в контактной области отпечатка $H_{Wc} = 0,125 W_c/h_c^3$, не всегда совпадают. Различие между ними ($\Delta H = H_{IT} - H_{Wc}$) возрастает по мере повышения величин относительной внеконтактной упругой деформации ε_{es} и твердости H_{IT} материала. На основании полученных экспериментальных данных предложено объяснение этого эффекта, в соответствии с которым наличие и величина разности ΔH определяются упругими свойствами материала, в первую очередь — величиной ε_{es} материала, которая, в свою очередь, определяется контактным модулем упругости E^ и структурным состоянием материала. Эти три фактора в совокупности контролируют величину твердости материала. По результатам анализа зависимости твердости H_{IT} и разности ΔH соответственно от величин ε_{es} и H_{IT} изученных материалов построена карта структурных состояний в координатах $\varepsilon_{es}—H_{IT}$. Карта содержит 4 области, в каждой из которых располагаются материалы с определенным типом структурного состояния, пределами ε_{es} и уровнями твердости. Карта позволяет идентифицировать априори неизвестное структурное состояние материала.*

Введение

Среди большого количества новых материалов, обладающих особыми функциональными особенностями, имеются малопластичные или хрупкие. Эти факторы значительно затрудняют использование традиционных методов испытания для установления их механических свойств, что необходимо для определения режимов их механической обработки и прогнозирования возможных областей применения. В связи с этим актуальными остаются “локальные” методы испытаний таких материалов, в частности автоматическое микроиндентирование, сопровождаемое автоматической записью диаграммы нагружения (внедрения индентора в материал).

В ряде работ авторов представлена новая методология обработки и анализа результатов испытания материалов с особыми свойствами методом автоматического индентирования [1—4]. В ее основе — использование полученного авторами соотношения между показателями диаграммы индентирования и механическими характеристиками материала — уравнения индентирования [1—4]

$$H_{IT}/E^* = K \cdot (h_s/h_c), \quad (1)$$

где H_{IT} — твердость по Мейеру (определяется в соответствии с Международным Стандартом [8]); E^* — так называемый “эффективный” (“контактный”) модуль упругости, величина, учитывающая упругое

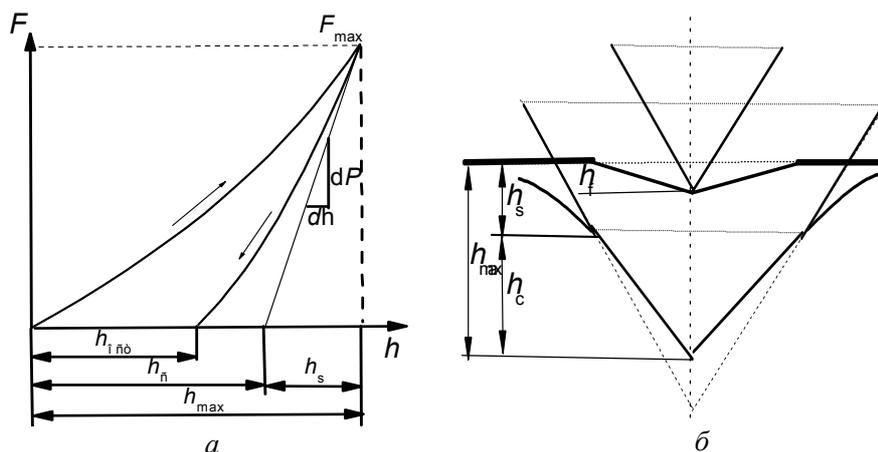


Рис. 1. Схемы диаграмм автоматического индентирования (а) и взаимодействия индентора с материалом (б).

взаимодействие материала с индентором: $1/E^* = (1 - \nu^2)/E + (1 - \nu_0^2)/E_0$ (E — модуль Юнга материала, а индекс 0 относится к индентору); $K = 0,687 \operatorname{ctg} \alpha$ — коэффициент формы индентора (α — угол при вершине индентора (угол “заточки” индентора)); h_s — внеконтактная глубина внедрения — глубина, на протяжении которой контакт индентора с материалом отсутствует в результате образовавшегося в материале углубления (*sink-in*) вокруг индентора; h_c — контактная глубина внедрения — глубина, на протяжении которой осуществляется контакт между индентором и материалом после полного нагружения — до F_{\max} (рис. 1).

Уравнение (1) является тарировочной зависимостью в методе индентирования и контролирующим с точки зрения корректности выполненного эксперимента.

Разработанная методология [1—4] позволила установить не только новые соотношения между показателями диаграммы индентирования, а также предложить для использования в материаловедении новые механические характеристики материала. В частности, показано, что величиной, получаемой из анализа показателей диаграммы индентирования и определяющей механические свойства материала (в первую очередь, характеристики упругости), является отношение h_s/h_c . Получены выражения для сопротивления материала механическому воздействию H/E^* , упругой деформации материала ε_{es} и соответствующего ей напряжения σ_{es} , а также для их возможных предельных значений в конкретных условиях индентирования. Кроме того, представилась возможность идентифицировать тип структурного состояния материалов.

Изучение новых современных материалов методом индентирования привело к необходимости уточнить методики определения некоторых существующих характеристик механических свойств и расширить их число. При этом следует обратить внимание на следующее. При нагружении индентированием материал, находясь в напряженно-деформированном состоянии, близком к трехосному сжатию, подвергается действию внешней силы F . В результате при погружении индентора, с одной стороны, в материале формируется отпечаток, который характеризует полную контактную деформацию в соответствии с выражением $\varepsilon_c = \ln \sin \alpha$ [5—7].

С другой — часть материала, прилегающая к поверхности отпечатка, на некоторой глубине испытывает упрочнение как результат возникшей в ней упругой деформации. Под действием прикладываемой силы внедрение индентора происходит до тех пор, пока сила противодействия со стороны материала не станет равной приложенной силе. В свою очередь, это произойдет тогда, когда по мере погружения индентора в условиях сохранения подобия отпечатка величина произведения возникшего постоянно действующего усредненного напряжения σ в материале на возрастающую площадь контакта индентора с материалом A_c не достигнет значения приложенной силы F , то есть $\sigma \cdot A_c = F$. Величина напряжения σ , как известно, названа твердостью [5].

При извлечении индентора в материале уменьшается упругая деформация (и обусловленное ею напряжение), то есть происходит более-менее полная релаксация и размеры отпечатка уменьшаются (см. рис. 1). В результате остается отпечаток, размеры которого характеризуют остаточную деформацию материала $\varepsilon_{\text{ост}}$ (она включает оставшуюся часть упругой деформации, пластическую деформацию, а также элементы возможного разрушения).

Таким образом, при индентировании (также как и при любом другом способе приложения силы) характеристики упругости материала определяют величину его остаточной деформации после прекращения действия силы. Это получает отражение на взаимном расположении ветвей нагружения и разгрузки автоматически записанной диаграммы индентирования: чем более высокие значения упругих характеристик материала, тем “ближе” ветвь разгрузки располагается по отношению к ветви нагружения (вплоть до их совмещения в случае полной упругой деформации материала) (см. рис. 1).

Например, при индентировании аморфных материалов, тонких пленок, покрытий, градиентных материалов и других требуется уточнение методики определения твердости, принятой Международным Стандартом как среднее контактное давление в материале, возникающее под действием приложенной силы F : $H_{IT} = F_{\text{max}}/A_p$ [8]. В то же время такой известный способ определения твердости, как работы, затраченной на вытеснение индентором единицы объема материала $H_W = W/V$, не входит в перечень величин, регламентируемых Международным Стандартом [8]. В условиях автоматического индентирования современных материалов с особыми свойствами (когда наличие диаграммы индентирования позволяет сравнительно просто вычислить выполненную работу W) этот способ может оказаться весьма результативным. Однако требуется уточнение методики его проведения и установление возможных областей использования.

Настоящая работа посвящена изучению возможности использования величины работы, затраченной на вытеснение материала индентором, для определения механических свойств новых материалов с различными типами структурного состояния.

Методика эксперимента

В работе изучены различные по составу, способам получения и обработки, фазовому и структурному состоянию материалы (табл. 1): металлы,

Т а б л и ц а 1. Составы и механические свойства материалов

Но- мер	Материал, % (мас.)	H_{IT} , ГПа	H_{wc} , ГПа	E^* , ГПа	H/E^*	ϵ_{es} , %
1	Al—40Cu—18Fe	8,25	7,60	125,8	0,066	2,0
2	Титан BT-22	5,13	5,01	101,9	0,050	1,5
3	Углерод — нано (1)	8,18	6,93	54,3	0,151	4,6
4	Углерод — нано (2)	11,77	9,86	74,4	0,158	4,9
5	Co—3,5Fe—8Si—10B	13,31	10,97	112,1	0,119	3,6
6	Титан йодидный	0,94	0,96	99,3	0,010	3,6
7	Cr—ZrCr ₂	8,48	7,93	158,9	0,053	1,6
8	Вольфрам монокристалл.	5,8	5,9	395	0,018	0,6
9	SiO ₂ — кварц (1)	8,78	7,23	64,9	0,135	4,2
10	Ti ₃ SiC ₂ — наноламинат	7,54	6,82	144,3	0,052	1,6
11	Ni—Al—Re	4,85	4,93	131,5	0,037	1,1
12	Хром деформированный	2,51	2,53	260	0,010	0,3
13	Ti—37Cr—20V—10Si	13,63	12,23	106,1	0,128	3,9
14	Ti—41Zr—17Ni	7,19	6,81	85,3	0,084	2,6
15	Ti—20Cr—20V—10Si	9,33	8,88	142,2	0,066	2,0
16	Ti—25Cr—15Cu—10Si	13,5	11,48	128,8	0,105	3,2
17	Ti—10Nb—10V—5Ta—15Zr—10Hf	2,82	2,71	41,6	0,068	2,1
18	Ti—15Nb—10V	2,08	2,04	36,1	0,058	1,8
19	Ti—27Cr—10Ni—6Si	8,9	7,29	84,5	0,105	3,2
20	Тикад	7,3	7,23	142,4	0,051	1,6
21	Fe—2Cr—4Si—14B (1)	12,28	10,09	94,9	0,129	4,0
22	SiO ₂ — кварц (2)	8,3	7,15	68,7	0,121	3,7
23	Ti—20V	2,84	2,60	48,7	0,058	1,8
24	Титан деформированный	5,16	5,0	98,6	0,054	1,7
25	Ti—50Cr—14Si	3,5	3,4	34,5	0,102	2,1
26	Титан монокристалл.	1,11	1,10	95,5	0,012	0,4
27	Хром монокристалл.	1,13	1,15	203,5	0,006	0,2
28	Цирконий монокристалл.	2,76	2,78	106,5	0,026	0,8
29	Титан BT-1	3,25	3,27	208,1	0,016	0,5
30	Сплав СКМ	3,34	3,47	69,6	0,048	1,5
31	Fe—3C	8,15	8,79	214	0,038	1,2
32	Сталь 35ХГСА	6,44	7,25	168	0,038	1,2
33	Сталь булатная	9,09	10,39	191	0,048	1,5
34	Cu60—Zr30—Ti10	7,84	6,91	66,0	0,118	3,6
35	Cu—20B	11,41	9,54	101,6	0,112	3,4
36	Fe—2Cr—4Si—14B (2)	10,62	8,77	93,1	0,114	3,5

сплавы (в том числе эвтектические), керамика, наноламинаты, пленки, покрытия, композиты, монокристаллы, крупно- и мелкокристаллические, нано- и квазикристаллические, рентгеноаморфные и аморфные. Кроме того, представлены ранее изученные материалы [1—4]. Всего — около 60-ти наименований.

Микроиндентирование осуществляли на установке “Микрон-гамма” [9] при комнатной температуре (нагрузка в пределах до $P = 3$ Н) алмазной

пирамидой Берковича ($\alpha = 65^\circ$) с автоматически выполняемыми нагружением и разгрузением на протяжении 30 с. Одновременно проводилась запись диаграммы 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 показателей диаграммы $P, h_{\max}, h_{\text{ост}}, h_c, h_s$, фиксировались по данным двух тысяч точек на диаграмме индентирования и, кроме того, проводилось автоматическое вычисление характеристик материала $H_{\text{IT}}, E^*, E, W_{\max}$.

Результаты и их обсуждение

Два способа определения твердости

Международный Стандарт [8], как уже упоминалось, предлагает определять твердость методом автоматического индентирования как величину среднего контактного давления, возникающего в материале при нагружении:

$$H_{\text{IT}} = F_{\max}/A_p, \quad (2)$$

где F_{\max} — максимальная приложенная сила к индентору; A_p — площадь проекции отпечатка в материале. При этом для вычисления величины A_p необходимо использовать так называемую контактную глубину внедрения индентора h_c — глубину, на протяжении которой при погруженном инденторе имеет место его соприкосновение (контакт) с материалом (см. рис. 1). В частности, для индентора Берковича (трехгранная пирамида с углом при вершине $\alpha = 65^\circ$) величина A_p составляет $A_p = 24,5h_c^2$ [8].

Известно, что величина H_W определяется как средняя работа W , затраченная на вытеснение единицы объема V материала из-под индентора [5]. Такое определение вытекает из закона механического подобия В. Л. Кирпичева — Ф. Кика — Н. Н. Давиденкова [5]: “Два геометрически подобных тела подобны механически, если они находятся в условиях, при которых как напряженные состояния (тензоры напряжений), так и деформации (тензоры деформаций) во всех соответствующих точках тождественны”. В какой мере при погружении индентора соблюдается подобие деформированных объемов — в такой же мере соблюдается и пропорциональность между работой деформации W и деформированным (вытесненным) объемом V , то есть

$$W = aV, \quad (3)$$

где a — константа, величина которой определяется геометрией индентора (форма и угол заточки) и механическими свойствами материала, в частности твердостью.

При индентировании остроконечным пирамидальным индентором с углом α при вершине на глубину h выражение для определения твердости с использованием W приобретает вид [10]

$$H_W = W/1,732 \text{ tg}^2 \alpha h^3. \quad (4)$$

Для индентора Берковича оно становится таким:

$$H_W = W/7,965 h^3 = 0,125 W/h^3. \quad (5)$$

В случае автоматического индентирования, сопровождаемого автоматической записью диаграммы $P-h$, обычно величина работы W определяется как площадь под кривой нагружения $0F_{\max}h_{\max}$ на диаграмме

индентирования, то есть глубина внедрения индентора принимается равной h_{\max} (см. рис. 1). Однако, как показано в работах [11, 12] и проанализировано в работах [1—4], максимальная глубина внедрения h_{\max} включает две составляющие: контактную глубину внедрения h_c и внеконтактную h_s (область верхней части отпечатка, в которой отсутствует соприкосновение индентора с материалом). В связи с тем, что соприкасающаяся с материалом часть индентора и вытесненный ею объем материала имеют одинаковые форму и размеры, последний может быть вычислен с использованием диаграммы индентирования: величина работы, затраченной на вытеснение материала из контактной области отпечатка, соответствует площади под кривой $0F_{\max}h_c$ (см. рис. 1). В этом случае выражение (5) приобретет вид

$$H_{Wc} = 0,125 W_c / h_c^3. \quad (6)$$

Величина h_c (и связанная с ней величина h_s) определяется по известной методике [11, 12], а величина работы W_c вычисляется по формуле (см. рис. 1)

$$W_c = W_{\max} - W_s, \quad (7)$$

где W_s — площадь прямоугольного треугольника $h_c F_{\max} h_{\max}$.

Соотношения между величинами твердости H_{IT} и H_{Wc} материалов

Как показали полученные нами экспериментальные данные для материалов различных составов и структурных состояний, значения твердости H_{IT} , определенные по стандартной методике, то есть с использованием силы F_{\max} (2), и с использованием работы W_c (6) — H_{Wc} , совершённой этой силой, совпадают до значения H_{IT} , находящегося на уровне 6—7 ГПа (их значения находятся на “равнозначной” прямой $H_{IT} = H_{Wc}$) (рис. 2, а). При превышении этого уровня твердости материалов отмечается снижение величины H_{Wc} (ее значения располагаются ниже равнозначной прямой) и тем в большей степени, чем больше абсолютная

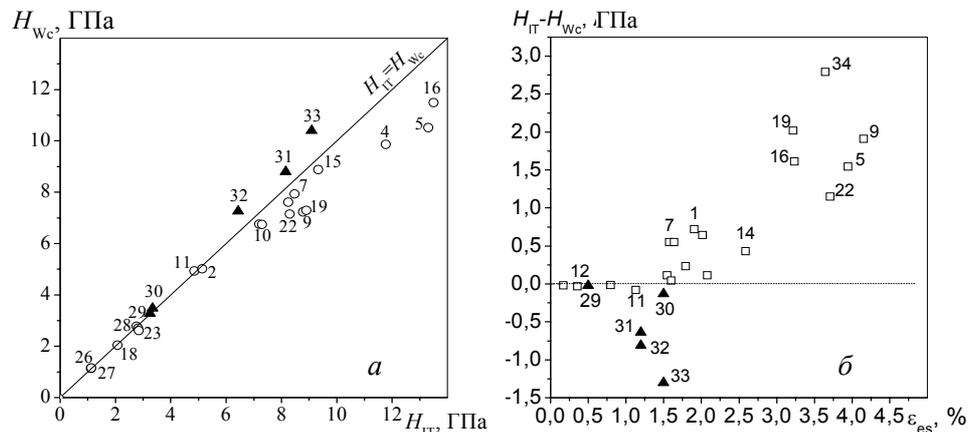


Рис. 2. Соотношение между значениями твердости H_{IT} и H_{Wc} (а) и зависимость величины разности $\Delta H = H_{IT} - H_{Wc}$ от относительной внеконтактной упругой деформации ϵ_{es} (б) для различных материалов. Числа у точек — номера материалов в табл. 1.

Т а б л и ц а 2. Механические свойства стали У8 после различных способов обработки

Обработка	H_{IT} , ГПа	H_{Wc} , ГПа	ε_{es} , %
Отжиг	5,4	5,2	0,9
Закалка	15,4	14,6	2,8
Поверхностное упрочнение трением	10,4	13,1	1,8

величина H_{IT} . Однако, как видно, значения твердости H_{Wc} некоторых материалов располагаются выше “равнозначной” прямой.

Так, оказалось, что, в отличие от однородных материалов, в материалах с градиентной структурой разность $\Delta H = H_{IT} - H_{Wc}$ является отрицательной величиной (рис. 2, а, б). В табл. 2 представлены характеристики сплава железа с высоким содержанием углерода (сталь У8), подвергнутого закалке и поверхностному упрочнению трением. В исходном (отожженном) состоянии значения твердости материала H_{IT} и H_{Wc} практически совпадают. Несмотря на существенное возрастание величины твердости материала в закаленном состоянии, различие значений твердости H_{IT} и H_{Wc} незначительно. И лишь в случае градиентной структуры, полученной с помощью поверхностного механического упрочнения, зафиксировано заметно большая твердость H_{Wc} по сравнению с твердостью H_{IT} , то есть разность ΔH является отрицательной. Подобное различие свидетельствует о том, что поверхностные слои существенно упрочнены по сравнению с исходным состоянием материала. Однако глубина данного упрочнения незначительна. Это приводит к снижению твердости, усредненной по глубине, по сравнению с твердостью материала в закаленном состоянии, имеющим такую же упрочненную структуру по глубине.

Кроме того, величина и знак разности ΔH могут служить контролирующим фактором при индентировании пленок и покрытий на подложках. В табл. 3 представлены данные, полученные при индентировании ионно-плазменного покрытия на основе нитрида титана толщиной 4,2 мкм. Из таблицы следует, что увеличение глубины внедрения индентора, вызванное повышением нагрузки, приводит к заметному возрастанию отрицательного значения величины ΔH . Это обусловлено тем, что по мере углубления индентора на определенном расстоянии от подложки ее физико-механические свойства начинают оказывать влияние на процесс внедрения индентора. В результате фактически происходит индентирование композиционного материала, твердость которого является некой усредненной величиной физико-механических свойств как пленки, так и подложки.

Таким образом, определение твердости материала “по работе” H_{Wc} дает дополнитель-

Т а б л и ц а 3. Результаты индентирования ионно-плазменного покрытия на основе нитрида титана толщиной 4,2 мкм на подложке

F , Н	h_c , мкм	H_{IT} , ГПа	H_{Wc} , ГПа	ε_{es} , %
0,4	0,6	45,2	42,3	3,8
1,2	1,6	20,2	24,9	2,5
1,6	2,1	14,5	20,9	2,1

ные возможности исследования свойств композиционных материалов и материалов с градиентной структурой.

Карта структурных состояний материалов

Анализ факта существования различия в значениях твердости H_{IT} и H_{Wc} , определенных разными способами, показал, что наиболее вероятной причиной этого явления может быть влияние упругих характеристик материала, в частности величины относительной внеконтактной упругой деформации ϵ_{es} [1—4]. На рис. 3 представлены зависимости твердости H_{IT} и H_{Wc} изученных материалов от величины ϵ_{es} ($\epsilon_{es} = 0,0984 (h_s/h_c) = 0,307 (H/E^*)$) для индентора Берковича [1—4]). Видно, что с повышением относительной упругой внеконтактной деформации ϵ_{es} материалов увеличивается разность между H_{IT} и H_{Wc} . На этой зависимости можно выделить три области значений ϵ_{es} , которые отличаются не только интервалом абсолютных значений твердости H_{IT} и H_{Wc} материалов, но и величиной их разности $\Delta H = H_{IT} - H_{Wc}$: I — $\epsilon_{es} \leq 1,3\%$, II — $1,3—3\%$, III — $3—5,5\%$.

Как видно на рис. 3, в пределах каждой области ϵ_{es} величина разности ΔH материалов зависит от абсолютного значения твердости: чем выше твердость H_{IT} , тем больше разность ΔH . Различная твердость H_{IT} материалов при одинаковых ϵ_{es} в пределах каждой области вытекает из формулы ее зависимости от характеристик упругости материалов [1—4]:

$$H_{IT} = 3,256 E^* \epsilon_{es}. \quad (8)$$

Из формулы (8) следует, что при одинаковых значениях ϵ_{es} твердость H_{IT} материала определяется его контактным модулем упругости E^* (рис. 3, табл. 1). В то же время если это выражение представить в виде

$$\epsilon_{es} = 0,307 (H_{IT}/E^*), \quad (9)$$

то становится понятным, что при одинаковой твердости различных материалов (даже в разных областях) увеличение ϵ_{es} материала может

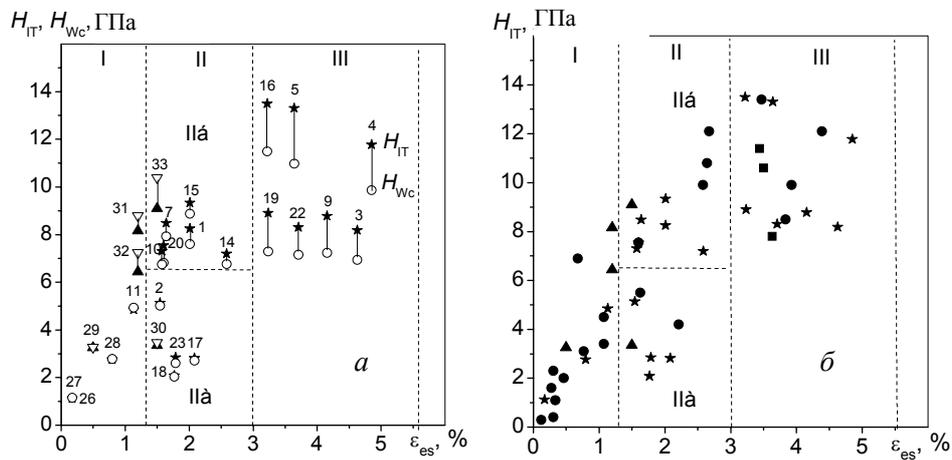


Рис. 3. Зависимости твердости H_{IT} и H_{Wc} (а) и твердости H_{IT} с учетом данных [1—4] (б) от величины их относительной внеконтактной упругой деформации ϵ_{es} и структурного состояния — карта типов структурных состояний материалов. Числа у точек — номера материалов в табл. 1.

быть обусловлено уменьшением его контактного модуля упругости E^* (рис. 3, табл. 1).

Сопоставление твердости материалов с их структурным состоянием показало, что из трех приведенных областей значений относительной внеконтактной упругой деформации, в каждой из которых располагаются материалы с определенным интервалом твердости H_{IT} и H_{wc} (и их разности ΔH), область II может быть разделена еще и по величине твердости в зависимости от типа структурного состояния материалов. В результате в пределах каждой из четырех выделенных областей изученные материалы могут быть классифицированы по типу структурного состояния следующим образом (рис. 3).

I. Относительная внеконтактная упругая деформация не превышает 1,3%. Интервал твердости определяется соотношением $H_{IT} = 3,256 \varepsilon_{es} E^*$ и может достигать высоких значений, которые зависят от величины контактного модуля упругости E^* . В этой области располагаются крупнокристаллические материалы — в основном металлы и сплавы.

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

IIб. Здесь, как и в области IIa, располагаются материалы с кристаллической структурой. Однако размеры структурных элементов находятся на наноуровне. Нанокристаллическое состояние материалов получают в 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 — 7—8 ГПа, верхний — несколько десятков гигапаскалей, но обычно не выше 40 ГПа, что обусловлено соотношением (8).

III. В этой области упругая деформация ε_{es} изменяется в пределах 3—5,56%, где значение 5,56% является максимально возможным при угле заточки индентора 65° [1—4]. Здесь располагаются материалы, в которых в значительной мере 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 многоэлементных составов, термически и механически обработанные. Твердость H_{IT} таких материалов, изученных в работе, находится в пределах 8—14 ГПа.

Таким образом, наличие трех областей упругой деформации ε_{es} является отражением способности конкретного материала в конкретном структурном состоянии упруго деформироваться на данную величину. Разная твердость материалов в пределах одной области является

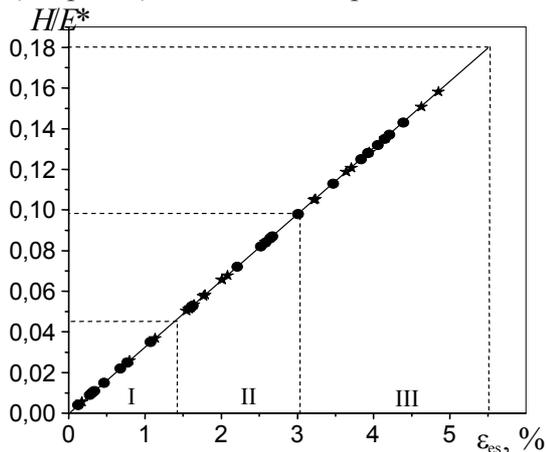
результатом произведения величины этой упругой деформации на контактный модуль упругости конкретного материала (аналогично закону Гука $\sigma = E\varepsilon$).

На рис. 3, б на эту зависимость нанесены также значения твердости H_{IT} , полученные ранее [1—4] для большого количества других материалов различных типов и структурных состояний и которые также укладываются в соответствующие структурные области.

Таким образом, методом автоматического индентирования в координатах $\varepsilon_{es}—H_{IT}$ построена карта типов структурных состояний для изученных в работе материалов. Карта содержит 4 области, в каждой из которых располагаются материалы с определенным типом структурного состояния, пределами относительной внеконтактной упругой деформации и уровнями твердости. Следовательно, карта позволяет идентифицировать тип структурного состояния материала с априори неизвестным структурным состоянием (для твердости, значения которой представлены на карте). Такая карта существенно дополняет диаграмму структурных состояний, построенную на основе тарировочной прямой индентирования (рис. 4) [1—4].

Таким образом, различие в значениях H_{IT} и H_{Wc} определяется тремя факторами: в первую очередь, упругими свойствами материала, а именно, величиной относительной внеконтактной упругой деформации. Эта величина, в свою очередь, определяется контактным модулем упругости и структурным состоянием материала (которые в совокупности определяют уровень твердости): чем выше ε_{es} и чем выше H_{IT} , тем больше разность $\Delta H = H_{IT} - H_{Wc}$. Возрастание величины ΔH можно объяснить тем, что по мере увеличения ε_{es} повышается и упругая деформация индентора, что приводит к его “затуплению”, то есть к увеличению угла при вершине и, следовательно, к уменьшению вытесненного контактного объема, а значит, и работы по его вытеснению W_c (3). В соответствии с выражением (6) должна снизиться и твердость H_{Wc} .

Подтверждением справедливости такого предположения может служить установленный авторами ранее факт, что работа, затраченная на вытеснение объема материала во внеконтактной области отпечатка W_s (см. рис. 1), то есть на совершение только упругой деформации, не зависит



от угла заточки индентора [10]. В то время как работа W_c по вытеснению материала из контактной области снижается по мере увеличения угла индентора

Рис. 4. Диаграмма структурных состояний, построенная на основе тарировочной прямой индентирования. Нанесены данные для материалов, изученных ранее [1—4], а также в настоящей работе.

при вершине (то есть снижения контактной деформации), уменьшается и твердость (6). Кроме того, факт снижения твердости при увеличении угла при вершине индентора непосредственно следует из соотношения между ε_c ($\varepsilon_c = \ln \sin \alpha$) и твердостью H_{IT} (кривые упрочнения при индентировании ($H_{IT} - \varepsilon_c$)), что многократно наблюдалось различными авторами [6, 10].

Выводы

Показано, что при наличии автоматически записанной диаграммы индентирования для вычисления твердости “по работе” H_{Wc} необходимо при определении величины работы W_c использовать участок площади диаграммы, ограниченный линиями нагружения и контактной глубины внедрения h_c (а не максимальной глубиной внедрения h_{max}), то есть площадь фигуры $0F_{max}h_c$.

Для материалов различных типов и структурных состояний установлено, что значения твердости, определенные по методике Международного Стандарта [8] $H_{IT} = 0,418 F_{max}/h_c^2$ и “по работе” $H_{Wc} = 0,125 W_c/h_c^3$, не всегда совпадают. Различие между ними $\Delta H = H_{IT} - H_{Wc}$ возрастает по мере повышения величин относительной упругой внеконтактной деформации ε_{es} и твердости H_{IT} материала. При этом величина ΔH является положительной для материалов с однородно распределенными элементами структуры (в том числе и многофазных) и отрицательной — для многослойных различного происхождения (градиентные материалы, слоистые композиты, пленки и покрытия на подложках, для которых не выполнено необходимое соотношение между толщиной пленки и глубиной внедрения индентора).

То есть факт наличия отрицательного значения разности $\Delta H = H_{IT} - H_{Wc}$ свидетельствует, с одной стороны, о том, что материал в области индентирования состоит из нескольких различающихся по механическим свойствам слоев (например, градиентные материалы, листовые композиты). С другой стороны, отрицательное значение разности ΔH может служить контролирующим фактором проявления влияния подложки на характеристики механических свойств находящихся на ней пленки или покрытия (искажение их истинных значений).

Выполненный анализ зависимости разности ΔH от ε_{es} и H_{IT} показал определяющую роль типа структурного состояния материала. В результате в координатах $\varepsilon_{es} - H_{IT}$ построена карта структурных состояний изученных материалов. Карта содержит 4 области, в каждой из которых располагаются материалы с определенным типом структурного состояния, пределами относительной внеконтактной упругой деформации и уровнями твердости.

В первых трех областях (I, IIa и IIб) располагаются материалы с кристаллической структурой. Область I — это крупнокристаллические материалы, в основном металлы и сплавы. К области IIa относятся мелкокристаллические материалы с размерами зерен, которые могут быть выявлены оптической микроскопией. Это, в первую очередь, одно- и многофазные металлы и сплавы, подвергнутые различным способам термической и механической обработок. В области IIб находятся материалы, в которых размеры структурных элементов находятся на наноуровне. В области III располагаются материалы, в которых частично или полностью отсутствует четко выраженная кристаллическая структура.

Это материалы с квазикристаллической, аморфно-нанокристаллической, рентгеноаморфной и, главным образом, с аморфной структурой.

Таким образом, карта типов структурных состояний материалов показывает, что приобретаемые абсолютные значения твердости H_{IT} и H_{Wc} (а также их разность ΔH) конкретного материала определяются тремя факторами: величинами его относительной внеконтактной упругой деформации ϵ_{es} и контактного модуля упругости E^* , а также структурным состоянием.

Карта дополнена экспериментальными данными, полученными ранее [1—4] на других материалах различных типов и структурных состояний. Всего на карте отражено около 60-ти материалов.

Введенные авторами новые показатели диаграммы индентирования и характеристики механических свойств материала [1—4] дополняют те, которые представлены в Стандарте ISO [8]. В результате использование метода автоматического индентирования позволяет получить практически полную картину механических свойств и структурного состояния новых современных материалов любого фазового состава и в любом структурном состоянии на образцах очень малых размеров.

Далее представлен перечень характеристик механических свойств материалов, введенный Международным Стандартом [8] и дополненный разработками авторов [1—4] (выделены жирным шрифтом). Формулы приведены для индентора Берковича (трехгранная пирамида с углом при вершине 65°).

Твердость при индентировании с использованием приложенной силы $H_{IT} = F_{max}/24,5 h_c^2$. Ее **предельно возможное значение** 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, — $H_{Wc} = 0,125 W_c / h_c^3$.

Модуль при индентировании E^* — контактный модуль нормальной упругости $E^* = 1,304 F_{max} / (h_s \cdot h_c)$.

Тарировочная зависимость между показателями диаграммы индентирования и механическими характеристиками материала — **уравнение индентирования** — $H_{IT}/E^* = 0,687 \operatorname{ctg} \alpha (h_s/h_c)$. Для $\alpha = 65^\circ$ $H_{IT}/E^* = 0,3206 (h_s/h_c)$.

Соппротивление материала упругой деформации при индентировании $H_{IT}/E^* = 0,3206 (h_s/h_c)$. Его **предельно возможное значение** $(H_{IT}/E^*)^{пред} = 0,1803$.

Относительная внеконтактная упругая деформация $\epsilon_{es} = 0,0984 (h_s/h_c) = 0,307 (H/E^*)$. Ее **предельно возможное значение** $\epsilon_{es}^{пред} = 0,05526$.

Напряжение внеконтактной упругой деформации при индентировании $\sigma_{es} = E^* \epsilon_{es} = 0,307 H_{IT} = H_{IT}/3,256$. Его **предельно возможное значение** $\sigma_{es}^{пред} = 0,05526 E^* = E^*/18,1$.

Карта структурных состояний материалов. В координатах ϵ_{es} — H_{IT} определяет **тип структурного состояния** материала в зависимости от конкретных значений величин ϵ_{es} и H_{IT} .

Ползучесть материала при индентировании S_{IT} .

Релаксация напряжения в материале при индентировании R_{IT} .

1. *Фирстов С. А., Горбань В. Ф., Печковский Э. П., Мамека Н. А.* Уравнение индентирования // Доп. Національної академії наук України. — 2007. — № 12. — С. 100—106.
2. *Фирстов С. А., Горбань В. Ф., Печковский Э. П., Мамека Н. А.* Связь прочностных характеристик материалов с показателями автоматического индентирования // *Материаловедение*. — М.: Наука и Технологии. — 2007. — № 11. — С. 26—31.
3. *Горбань В. Ф., Мамека Н. А., Печковский Э. П., Фирстов С. А.* Идентификация структурного состояния материалов методом автоматического индентирования // Сб. докл. Харьковской нанотехнологической ассамблеи. — Т. I. Наноструктурные материалы. — Харьков, 2007. — С. 52—55.
4. *Фирстов С. А., Горбань В. Ф., Печковский Э. П.* Предельные деформации и напряжения в наноматериалах // Сб. докл. Харьковской нанотехнологической ассамблеи. Т. II. Наноматериалы — новые фавориты индустрии. — Харьков, 2008. — С. 145—153.
5. *Григоревич В. К.* Твердость и микротвердость металлов. — М.: Наука, 1976. — 230 с.
6. *Мильман Ю. В.* Новые методики микромеханических испытаний материалов методом локального нагружения жестким индентором // *Сучасне матеріалознавство XXI сторіччя*. — К.: Наук. думка, 1998. — С. 637—656.
7. *Tabor D.* Indentation hardness: fifty years on. A personal view // *Phil. Mag. A*. — 1996. — **74**, No. 5. — P. 1207—1212.
8. *ISO 14577-1:2002(E)*. Instrumented indentation test for hardness and materials parameters. Part 1: Test method. Date: 2002-09-22.
9. *Aznakayev E.* Micron - gamma for estimation the physico-mechanical properties of micromaterials // *Proc. of the Internat. conf. "Small Talk-2003"*. — San Diego, California, USA, 2003. — TP.001. — P. 8.
10. *Горбань В. Ф., Печковский Э. П., Фирстов С. А.* Микроиндентирование наноламинатов Ti_3SiC_2 и Ti_3AlC_2 инденторами с углами заточки 45—85 градусов // *Металлофизика и новейш. технологии*. — 2006. — **28**, № 1. — С. 67—82.
11. *Doener M. F. and Nix W. D.* Indentation problems // *J. Mater. Res.* — 1986. — **1**. — P. 601—614.
12. *Oliver W. C. and Pharr G. M.* Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology // *Ibid.* — 2004. — **19**. — P. 3—20.