



# «Новые методы определения твёрдости материалов»

## Лабораторная работа №22

2016

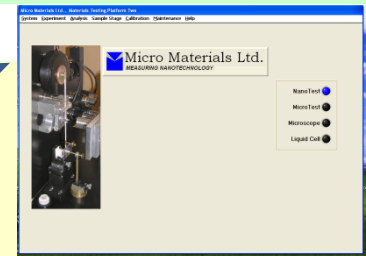
# Лабораторная работа №22

## СРАВНЕНИЕ МЕТОДОВ АНАЛИЗА КРИВОЙ ИНДЕНТИРОВАНИЯ

**Цель работы** – изучить методику нахождения СКД, сравнить методики Оливера и Фарра, СКД и поверхностной нанотвёрдости; ознакомиться с практическим применением методики СКД при оценке свойств наноразмерных поверхностных слоёв после различных методов обработки.

### **Приборы и материалы:**

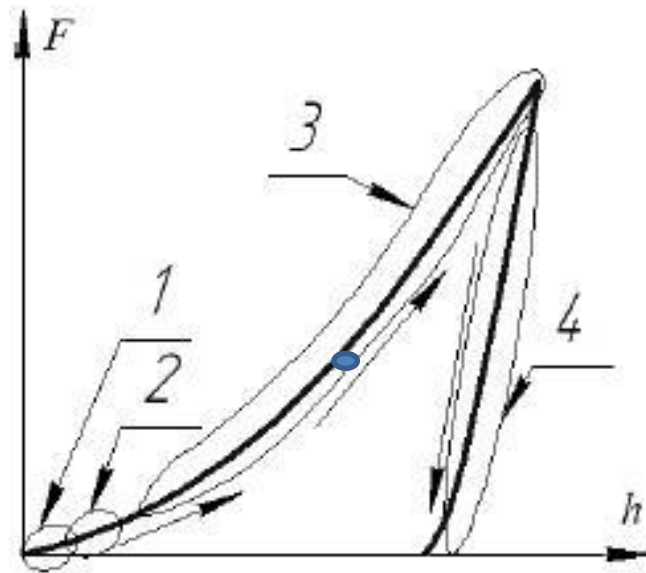
1. Программа «Nano Test Materials Testing Platform».
2. Эталоны твёрдости: 103HBW, 187HBW, 411HBW.
3. Пирамида Берковича.



# ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ РАБОТЫ

Практически единственным методом оценки свойств материалов в нанообъёмах является метод кинетического индентирования. В процессе индентирования непрерывно фиксируется нагрузка  $F$  и глубина внедрения индентора  $h$ , что позволяет строить  $F$ - $h$ -диаграммы.

Существует много методик анализа  $F$ - $h$ -диаграмм, то есть определения твердости непрерывным индентированием.



Например, метод Оливера и Фарра, среднего контактного давления (СКД),

метод, разработанный на кафедре технологии металлов и материаловедения ХНАДУ (в дальнейшем будем называть «поверхностная нанотвёрдость»).

# ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ РАБОТЫ

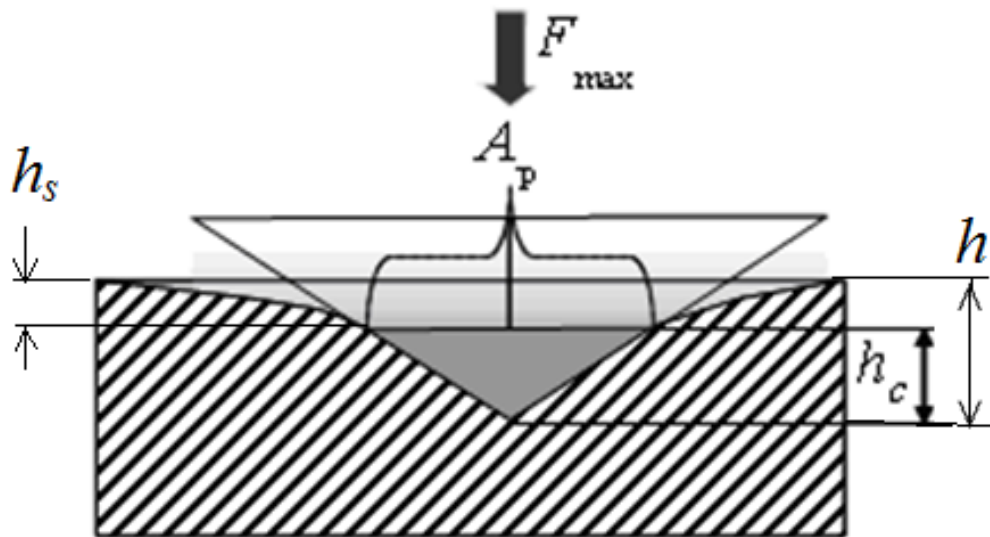
Международный стандарт ISO14577:2002 регламентирует ряд методик оценки твердости [1]. Самой распространенной из них является твердость индентирования  $H_{it}$

$$H_{it} = \frac{F}{A_p} = \frac{F_{\max}}{k \cdot h_c^2}$$

где  $F$  – нагрузка, Н;

$A_p$  – площадь проекции контакта индентора с материалом,  $\text{мм}^2$ ;

$h_c$  – глубина контакта индентора с материалом, мм,  $h_c = h_{\max} - \varepsilon_c P_{\max} / S$ ,  $S = dP/dh$



При расчете твердости индентирования используется глубина контакта индентора с материалом. Определить эту величину позволяет методика Оливера и Фарра.

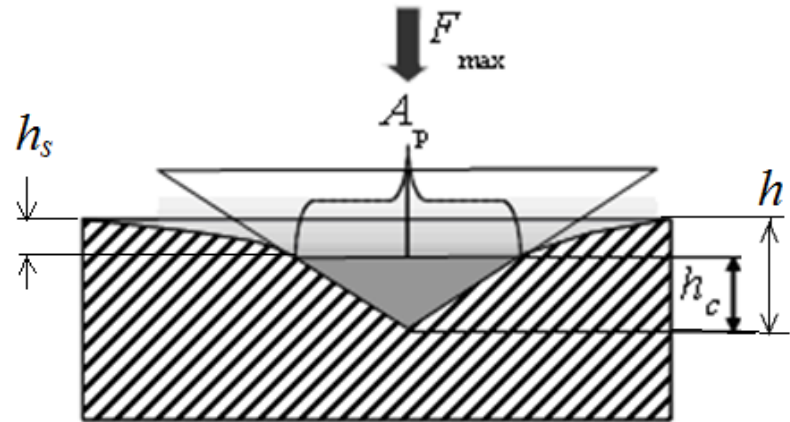
# МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ НАНОТВЁРДОСТИ

Метод Оливера–Фарра впервые появился в 1992 г. и фактически завоевал лидирующие позиции [2]. Сущность метода заключается в расчете значения нанотвердости путем деления максимальной нагрузки индентирования на площадь проекции контакта индентора с материалом:

$$h_c = h - h_s$$

$$H_{it} = \frac{F}{A_p} = \frac{F}{24,494 \cdot h_c^2}$$

(для индентора Берковича с углом при вершине  $65,27^\circ$ )



**Схема определения твердости по методу Оливера и Фарра:**

$F_{max}$  – максимальная нагрузка индентирования, Н;

$A_p$  – площадь проекции контакта индентора с материалом,  $мм^2$ ;

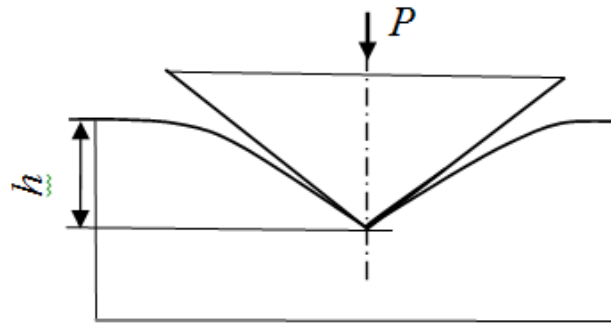
$h_c$  – глубина контакта индентора с материалом, мм

Чтобы оценить  $h_c$  необходимо знать как общее перемещение индентора  $h$ , фиксируемое прибором, так и упругий прогиб поверхности образца на краю контакта  $h_s$ , который нельзя измерить.

# ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ РАБОТЫ

Для расчёта упругого прогиба поверхности образца на краю отпечатка  $h_s$  определяется контактная жесткость по наклону касательной к разгрузочной части кривой индентирования в максимальной точке.

Методом Оливера и Фарра определяют твердость для максимальной нагрузки далеко не для всех материалов.



Например, для упругих материалов этим методом нанотвердость определить затруднительно,



так как величина прогиба будет практически равна величине глубины контакта, а, значит, их разница будет равна нулю и площадь контакта также будет равна нулю [3].

# ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ РАБОТЫ

Сравнение трёх методов определения нанотвёрдости производили при испытаниях образцовых мер твёрдости из стали У10А. Исследования проводили при помощи твердомера NanoTest.

Нанотвёрдость и модуль упругости по методике Оливера и Фарра определяется для максимальной нагрузки (для одной точки нагружения индентора).

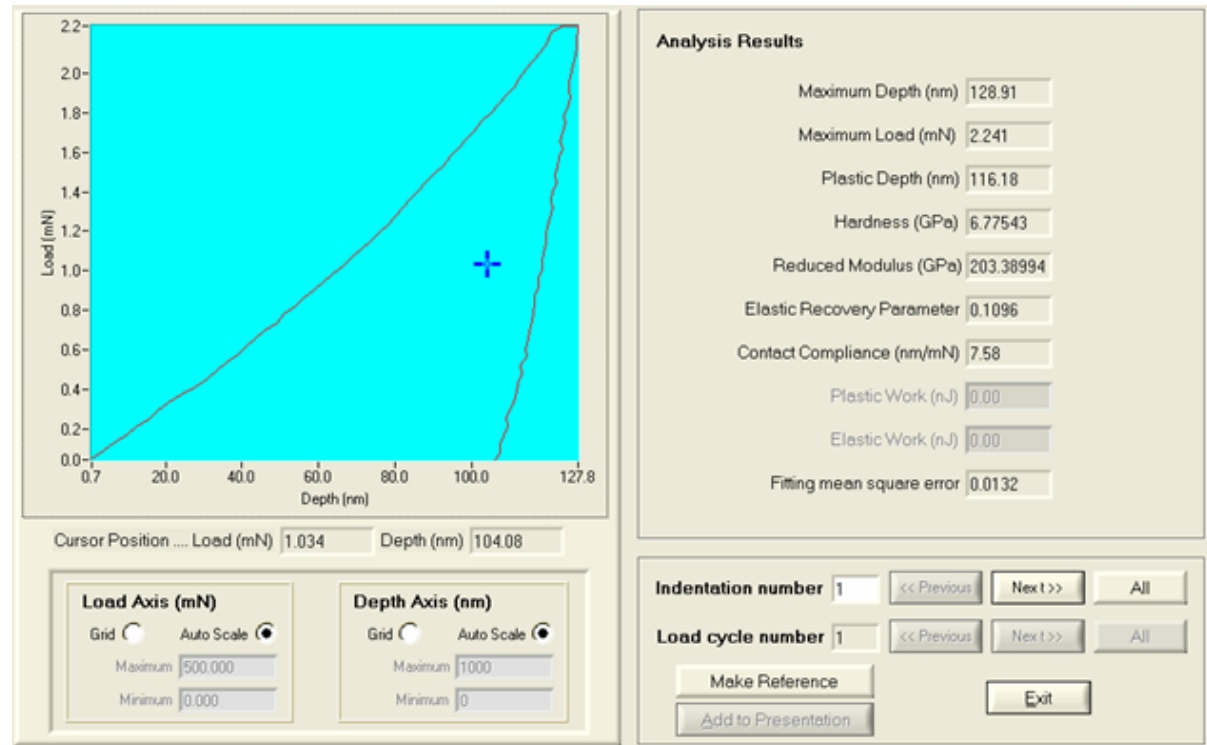


Диаграмма нагружения индентора Берковича для стали У10А

# ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ РАБОТЫ

В ИСМ НАН Украины разработан метод нахождения **среднего контактного давления (СКД)** для всех точек диаграммы нагружения индентора [2]:

1) Текущее значение упругого прогиба поверхности образца для  $i$ -й точки кривой нагружения:

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

где  $h_{y_{\max}}$  – упругий прогиб поверхности образца при  $P_{\max}$  определяется по методике Оливера и Фарра ;

$P_i$  – текущее значение нагрузки, измеряемое твердомером

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

2) Текущее значение глубины контакта образца:

$$h_{c_i} = h_{\max_i} - h_{y_i}$$

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



# ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ РАБОТЫ

3) Контактная площадь:

$$A_{c_i} = k \cdot h_{c_i}^2$$

где  $k$  – коэффициент, зависящий от формы индентора.

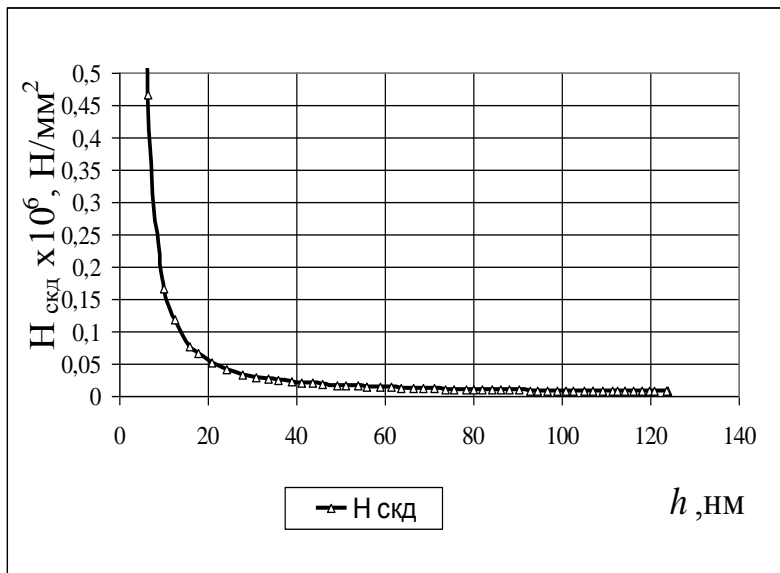
4) Величина нанотвердости:

$$H_i = \frac{P_i}{A_{c_i}}$$

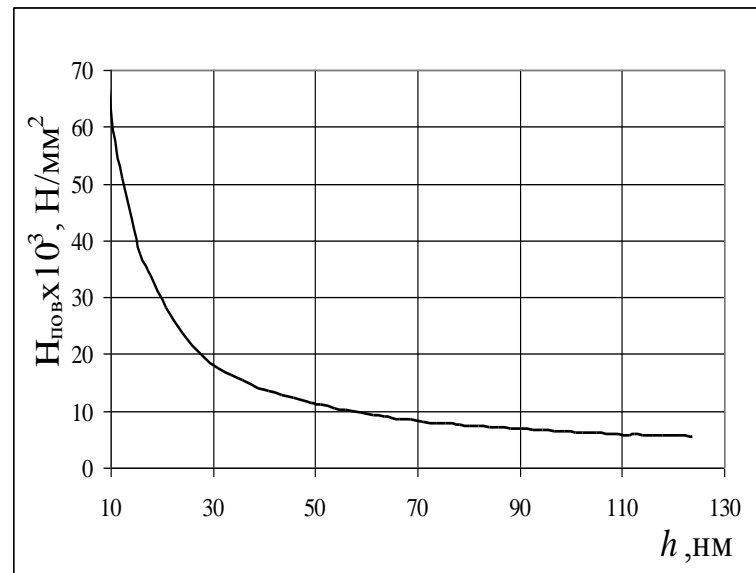
При определении СКД для построения зависимости в координатах нанотвёрдость - нагрузка (или глубина контакта) необходимо для каждой точки диаграммы из величины перемещения индентора вычесть упругий прогиб поверхности образца, соответствующий величине текущей нагрузки (согласно методу Оливера и Фарра),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

# ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ РАБОТЫ

На основе проведенных расчетов построена зависимость твёрдости, рассчитанной по методике СКД, от глубины внедрения индентора для стали У10А.



Зависимость твердости, которая рассчитана по методике СКД, от глубины внедрения индентора

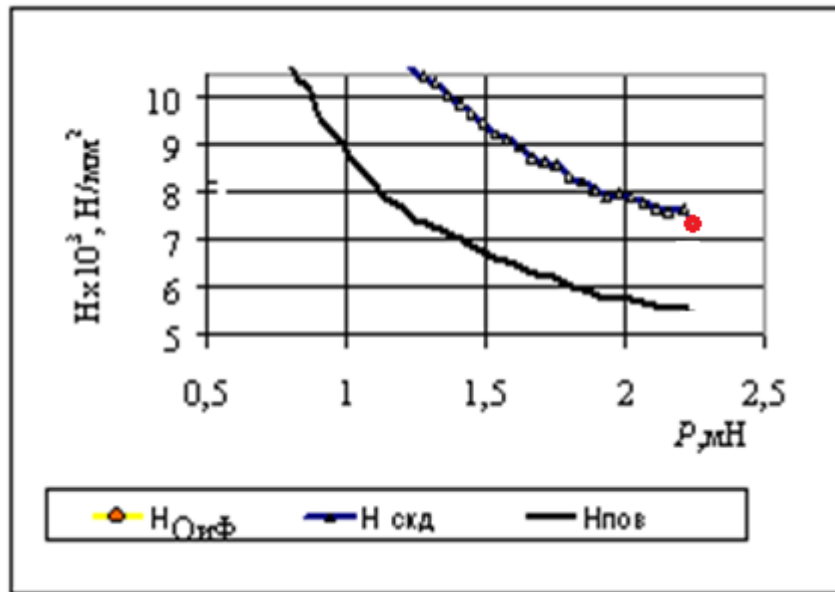


Зависимость поверхностной твердости от глубины внедрения индентора

На основании диаграммы индентирования была также определена поверхностная твёрдость стали У10А для всех точек диаграммы нагружения по формуле 
$$H_{нов} = \frac{F}{A} = \frac{F}{26,4342 \cdot h^2}$$
 (угол при вершине 65°03')

# ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ РАБОТЫ

Проводили сравнение трёх методов определения нанотвёрдости. Наибольшую величину имеет нанотвёрдость, которую определяли по методу СКД, меньше – по методике Оливера и Фарра, наименьшую величину имеет поверхностная нанотвёрдость.



Результаты определения нанотвёрдости тремя методами.

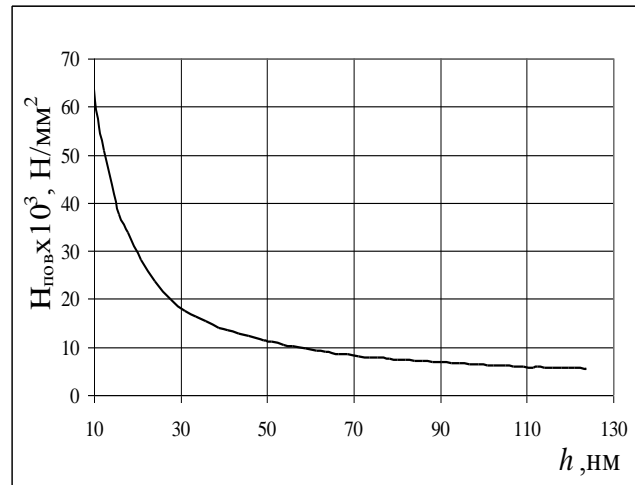
Отличия в значениях твёрдости кроются, вероятно, в том, что для различных методов по-разному учитывается соотношение упругой и пластической деформации. При определении твёрдости по методике Оливера и Фарра при расчёте твёрдости учитывается только пластическая составляющая деформации,

что приводит к уменьшению площади контакта индентора с материалом и увеличению значения твёрдости.

# ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ РАБОТЫ

При определении поверхностной твёрдости учитывается как упругая, так и пластическая составляющая деформации. Поэтому площадь поверхности внедрённой части индентора больше площади проекции площади контакта,

а значит  
поверхностная  
твёрдость меньше  
твёрдости по  
Оливеру и Фарру.

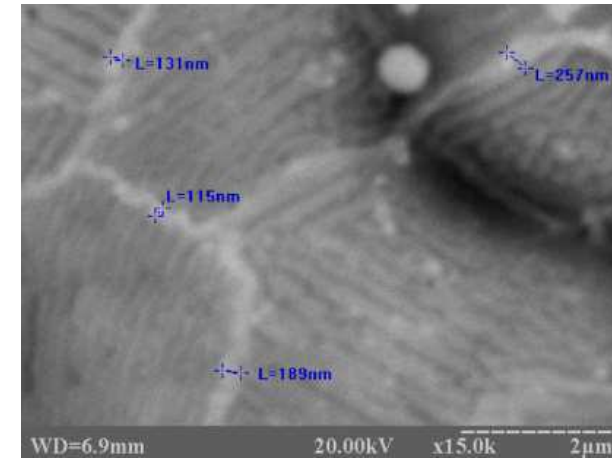
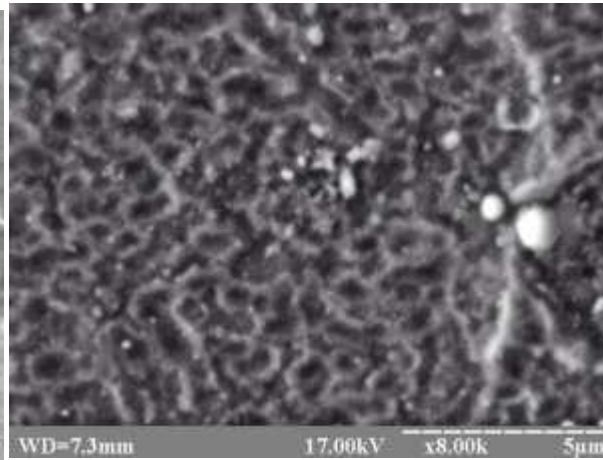
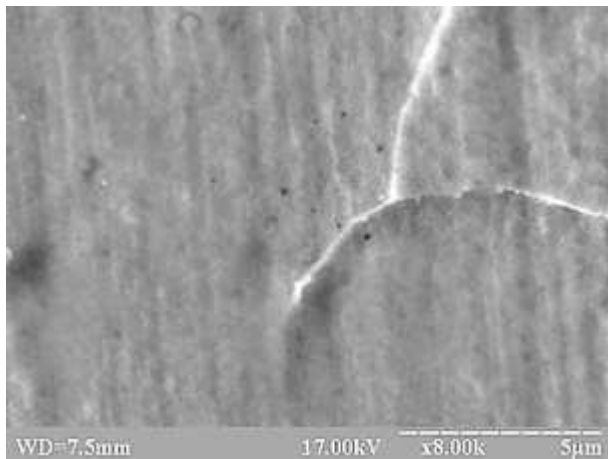


а значит  
поверхностная  
твёрдость меньше  
твёрдости по  
Оливеру и Фарру.

При определении «поверхностной нанотвёрдости» и СКД наблюдается размерный эффект. Объяснение этого явления кроется в том, что в процессе индентирования объём материала, вовлечённого в процесс деформирования, изменяется. И при этом также изменяются атомные механизмы пластической деформации. Метод СКД позволяет определять твёрдость для каждой точки кривой индентирования, но характеризуется высокой трудоёмкостью.

# ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ РАБОТЫ

В работе [4] были проведены исследования влияния ионной бомбардировке ионами титана на прочность и пластичность стали 20.

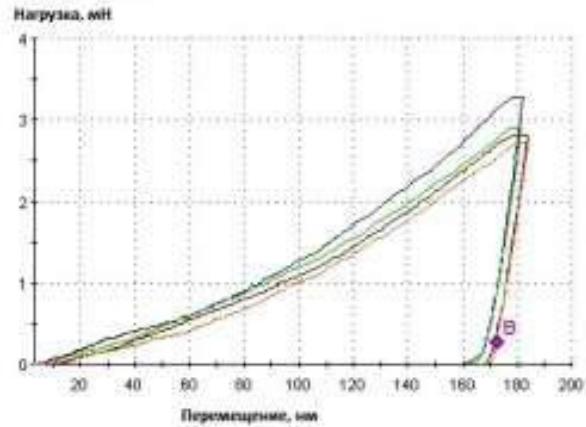


Микроструктура поверхности отожженного образца стали 20 до (а) и после ИБ (б) на сканирующем электронном микроскопе,  $\times 8000$

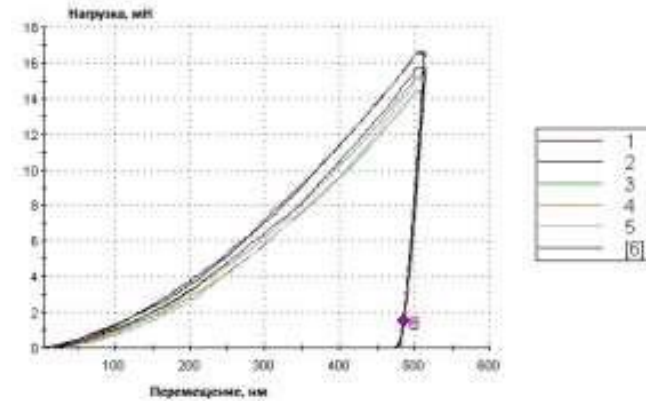
Границы раздела субмикроструктурной структуры после ионной обработки; отожженная сталь 20;  $\times 15000$

Особенностью образовавшейся субструктуры являются широкие межзеренные субграницы, занимающие значительную часть общего поля шлифа. Образуется субмикроструктурная структура.

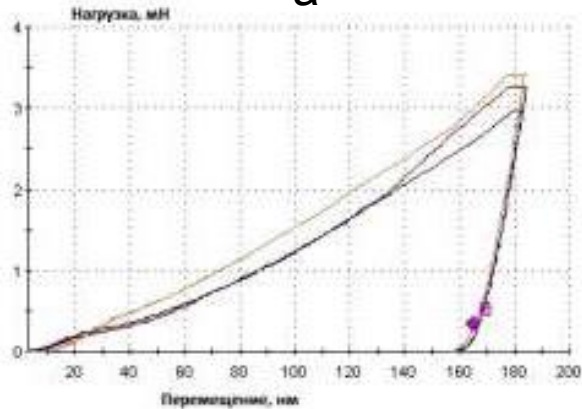
# ПРАКТИЧЕСКОЕ ПРИМЕНЕНИЕ НАНОТВЁРДОСТИ



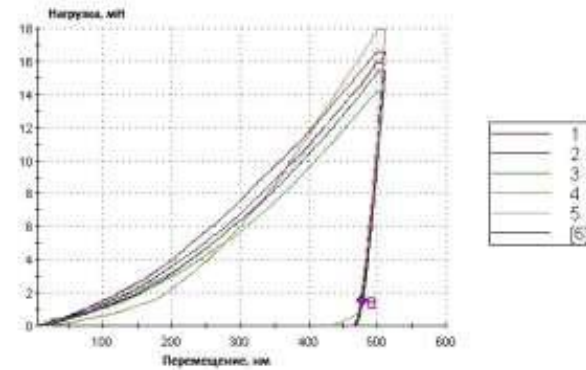
а



б



в



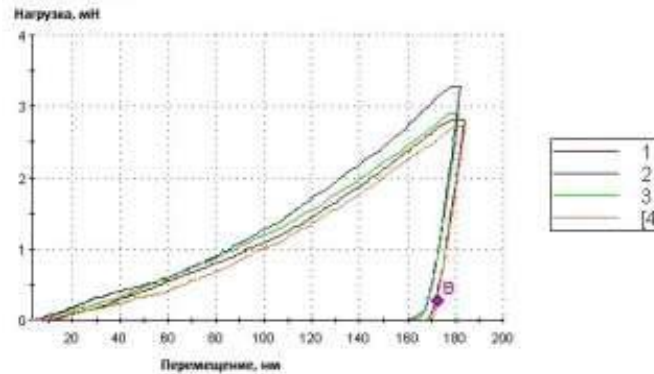
г

Кривые индентирования стали 20 до ИБ (а, б) и после ИБ (в, г):  
а, в – глубина 200 нм; б, г – глубина 500 нм

# ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ РАБОТЫ

На рис. приведены кривые наноиндентирования образцов стали 20, неподвергавшихся ионной бомбардировке (ИБ), и после ИБ. Были выбраны две глубины индентирования: 200 нм (нагрузка на индентор ~ 3 мН) и 500 нм (нагрузка ~ 16 мН). Численные значения измерений приведены в табл.

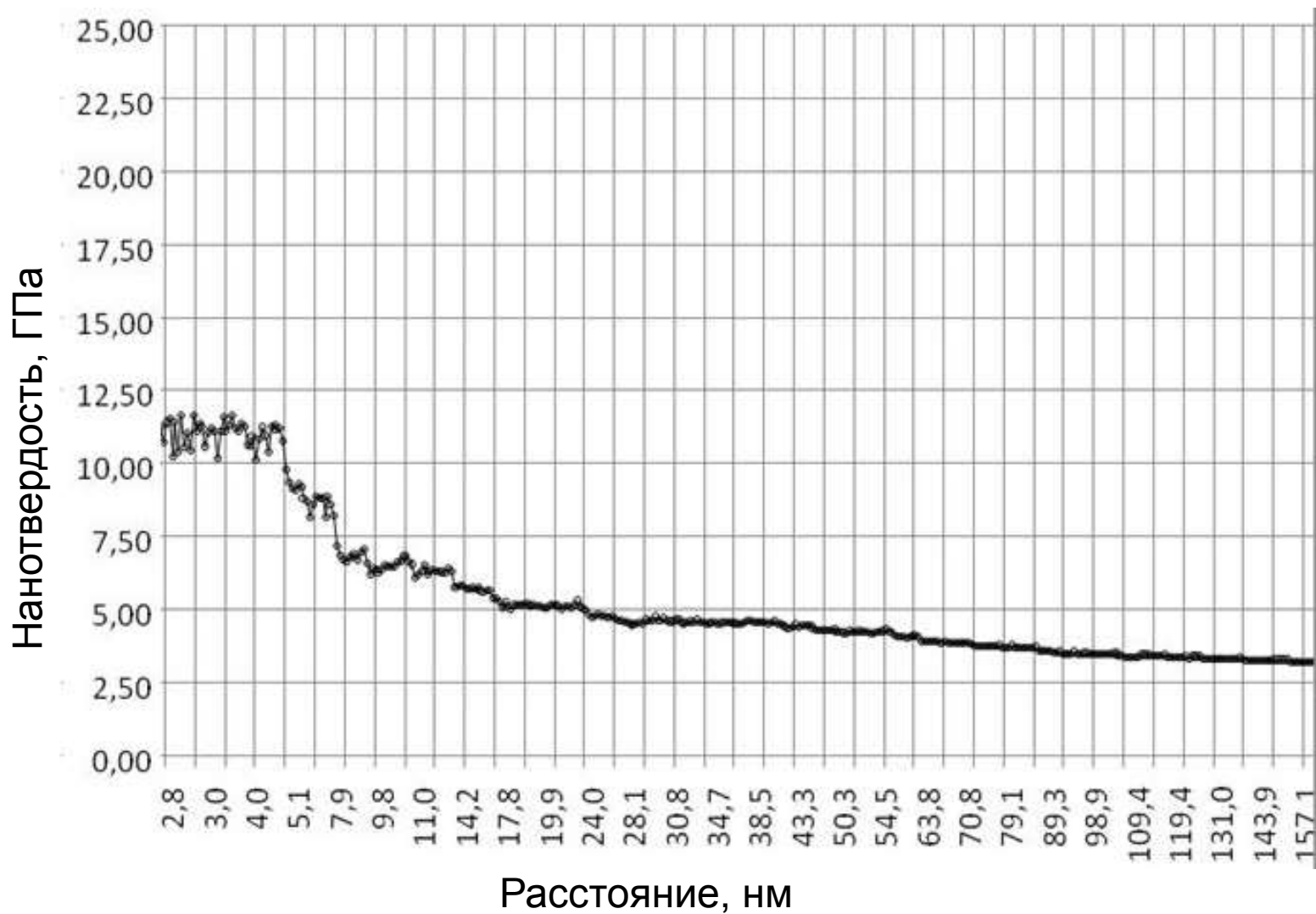
Для определения нанотвёрдости на самой поверхности был использован метод СКД.



Результаты расчёта распределения нанотвёрдости по глубине поверхностного слоя показали,

что под действием ионной бомбардировки имеет место упрочнение поверхностного слоя до 11 ГПа на глубине до 4 нм. Затем наблюдается снижение твердости до 5 ГПа на глубине 17-24 нм, а на глубине ~ 100 нм достигает исходного уровня ~ 3,5 ГПа.

# Кривая нанотвердости стали 20 после ИБ (метод СКД)





# ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ РАБОТЫ

Поверхностное упрочнение ионной бомбардировкой приводит к созданию в поверхностном слое развитой субструктуры с размерами элементов в среднем  $\sim 600$  нм и с широкими межзеренными границами  $\sim 200$  нм.

Это делает ее подобной нанокристаллической, которая, как известно, характеризуется широкими субграницами.

Твердое тело после такой обработки следует рассматривать как изготовленное из композиционного материала – массивной сердцевины и тонкого (не более  $0,5\text{--}1$  мкм) поверхностного слоя.

При приложении внешней нагрузки внутренний слой (сердцевина) деформируется по дислокационному механизму. Внешний же слой сочетает дислокационный механизм (обусловленный субмикроструктурными элементами) и зернограничное проскальзывание с ротационными модами (характерное для деформации наноструктур). Следствием взаимодействия разных механизмов деформации является одновременное повышение и прочности, и пластичности.

# ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

1. Изучить методику определения нанотвёрдости СКД.
2. Сравнить существующие методики определения нанотвёрдости.
3. Рассчитать поверхностную нанотвёрдость для стали У10А, используя экспериментальные данные.
4. Сравнить значение нанотвёрдости по методике Оливера и Фарра и поверхностной для стали 20.
5. Ознакомиться с практическим применением методики СКД при определении нанотвёрдости стали после поверхностной обработки.
6. Оформить отчёт о работе.

# ОТЧЁТ О РАБОТЕ

Отчет о работе должен включать:

- 1) Цель работы.
- 2) Краткое изложение теоретических основ работы.
- 3) Расчёт нанотвёрдости по методике Оливе и Фарра и поверхностной стали 20, зависимость поверхностной нанотвёрдости от нагрузки.
- 4) Выводы.

# КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

- 1) В чём суть метода Оливера и Фарра?
- 2) В чём суть метода СКД?
- 3) Какой характер носит зависимость нанотвёрдости по методу СКД от нагрузки?
- 4) Объясните наличие размерного эффекта в зависимости нанотвёрдости от нагрузки.

# ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ

1) Изучить метод конечных элементов, который используется для определения нанотвёрдости.

# СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1) ISO 14577-1:2002. Metallic materials — Instrumented indentation test for hardness and materials parameters — Part 1: Òest method
- 2) Дуб С. Н. Испытание твердых тел на нанотвердость / С. Н. Дуб, Н. В. Новиков // Сверхтвердые материалы – 2004. – № 6. – С. 16 – 33.
- 3) Мощенок В.И. Новые методы определения твердости материалов : монография / В.И. Мощенок. – 2-е изд. доп. и перераб. – Х. : ХНАДУ, 2013. – 324 с.
- 4) Татаркина И.С. Повышение эксплуатационных свойств ресурсопределяющих деталей и технологических характеристик материала модифицированием поверхности, включая наноструктурирование : диссертация на соискание степ. канд. техн. наук: 05.02.01 / Татаркина Ирина Сергеевна; ХНТУСХ. – 2015. – 143 с.