



УДК 620.178.1:539.533

© 2007

Академик НАН України С. А. Фирстов, В. Ф. Горбань,
Э. П. Печковский, Н. А. Мамека

Уравнение индентирования

On the basis of the known relations used in the automatic indentation method, the equation, which reflects the basic regularities of this process and establishes the direct connection between parameters of the indentation diagram, hardness, and the normal elasticity modulus, is analytically deduced. The physical essence of this equation is determined. Experimental confirmation is obtained at the indentation of materials of different kinds more than 30 names. Indentation constants which reflect the presence of a basic opportunity of the existence of limit values for the indentation depth of an indenter and the hardness of materials are established. Opportunities to use the obtained relations are shown.

Важным направлением в исследовании механических свойств материалов является метод индентирования, включающий автоматическую запись кинетической диаграммы нагрузка — глубина отпечатка $P - h$. В последнее десятилетие этот метод получил широкое распространение при изучении материалов, обладающих особыми свойствами [1–12]. Он позволяет определить твердость, модуль Юнга, полную работу индентирования, ее упругую и неупругую составляющие.

Одной из важных характеристик материала является отношение его твердости H к модулю нормальной упругости E (модулю Юнга) — H/E . Известно [1–3], что величина H/E характеризует способность материала сопротивляться изменению размеров и формы в процессе деформации. Она отражает сложившиеся на основании стандартных механических испытаний материалов представления о соотношении их пластичности. Величина H/E используется также для характеристики способности материалов к износу при трении (отражает деформационные свойства грубой поверхности при контакте с гладкой поверхностью).

Для экспериментального вычисления величины отношения H/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 по индентированию материала.

Авторы статьи [4], используя автоматически записанные диаграммы индентирования (рис. 1) (в частности, их ветви разгрузки), первыми применили данный метод для опре-

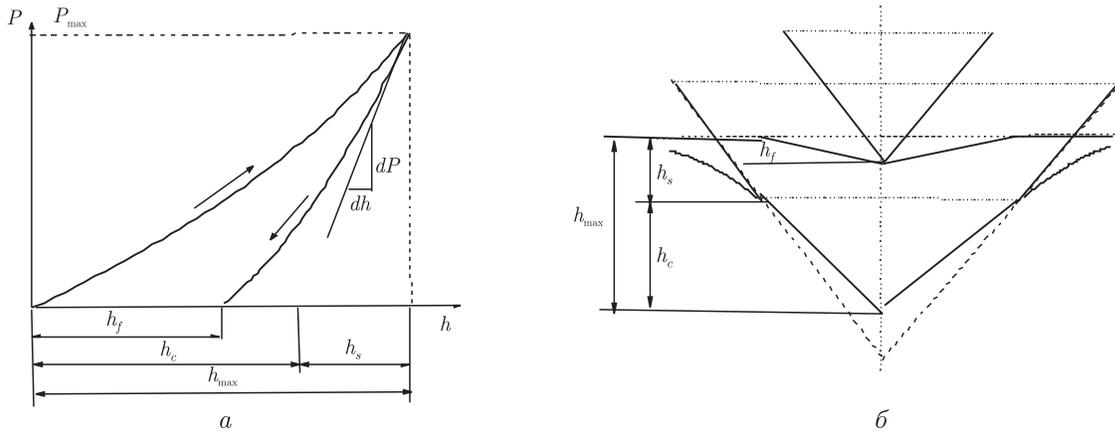


Рис. 1. Схемы диаграммы автоматического индентирования (а) и взаимодействия индентора с материалом (б). (Пояснения см. в тексте.)

деления модуля Юнга. В основе их модели (в случае упругопластической деформации материала под индентором) лежит представление о том, что “если разгрузка осуществляется после прекращения процессов релаксации под отпечатком, то начальная стадия разгрузки является чисто упругой. На этом этапе нагружение и разгрузка — обратимые процессы и могут быть описаны методами теории упругости”. В результате было получено уравнение, которое можно выразить таким образом:

$$E^* = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{h_{\max}} \frac{\sqrt{\pi}}{2\sqrt{F}}, \quad (1)$$

где E^* — так называемый эффективный (“контактный”) модуль упругости; F — площадь проекции отпечатка. Величина $(dP/dh)_{h_{\max}}$ характеризует наклон ветви разгрузки на начальном участке; определяется дифференцированием функции, связывающей нагрузку с глубиной внедрения в условиях упругой деформации.

Величина E^* учитывает упругое взаимодействие материала с индентором:

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

здесь E — модуль Юнга материала, а индекс “0” относится к индентору.

В последующих работах [5, 6] были использованы представления авторов статьи [4], во-первых, для детализации методики определения модуля Юнга и, во-вторых, на получение достоверных значений твердости. Особое внимание обращено на то, что глубина внедрения индентора, которая фиксируется на диаграмме индентирования, не совпадает с той глубиной отпечатка, на протяжении которой имеет место контакт между индентором и материалом. В связи с этим была введена [5, 6] величина h_c — глубина внедрения, на протяжении которой осуществляется контакт между индентором и материалом после полного нагружения — до P_{\max} (см. рис. 1). В этой части отпечатка имеет место упругопластическая деформация и возможное разрушение материала, а также упругая деформация индентора. Часть глубины внедрения индентора, на протяжении которой контакт с материалом отсутствует в результате образовавшегося в материале углубления (sink-in) вокруг индентора, названа h_s . В этой части отпечатка имеет место полностью упругая деформация материала.

В работах [5, 6] на основании модели [4] и собственного экспериментального материала была предложена конкретная методика для определения величины h_c (см. рис. 1):

$$h_c = h_{\max} - 0,72 \frac{P_{\max}}{\left(\frac{dP}{dh}\right)_{h_{\max}}}, \quad (3)$$

$$h_s = 0,72 \frac{P_{\max}}{\left(\frac{dP}{dh}\right)_{h_{\max}}}. \quad (4)$$

Величина h_s вычисляется на начальном участке ветви разгрузки после окончания процесса релаксации напряжений в материале, т. е. при $P_{\max}(h_{\max})$. Число 0,72 — константа формы индентора [6]. Соответственно, площадь проекции “контактной” части отпечатка определяется как $F = 5,196 \cdot \text{tg}^2 \alpha \cdot h_c^2$, а величина твердости — с помощью выражения $H = \beta P_{\max}/h_c^2$, где β — коэффициент, учитывающий форму индентора. Например, если P_{\max} выразить в граммах, h_c — в микронах, H — в гигапаскалях, то для индентора Берковича ($\alpha = 65^\circ$) величина $\beta = 0,418$.

Несмотря на сравнительно большое количество работ, посвященных применению метода автоматического индентирования для установления механических свойств материалов, некоторые его аспекты остаются недостаточно проработанными. В частности, мало внимания уделялось установлению соотношений показателей диаграммы индентирования между собой и с механическими свойствами материалов, имеющих значительные различия по химическому и фазовому составам, структурному состоянию, способу получения, применительно к одинаковым условиям нагружения. Это относится и к определению величины отношения H/E методом индентирования.

В настоящей работе поставлена цель установить функциональную связь отношения прочностных характеристик материала H/E^* с показателями автоматически записанной диаграммы индентирования. Отношение H/E^* или H/E (для материалов с неизвестным коэффициентом Пуассона) представляет большой интерес. Как будет обсуждаться ниже и как следует из публикаций [7, 8], твердость материалов может достигать значительных величин — $E/10$ – $E/6$. В этой связи в работе [9] введено представление о теоретической (предельной) твердости для материала с данным модулем Юнга. А именно, теоретическая твердость — это твердость, при которой отпечаток индентора возникает в результате пластического деформирования при напряжении, равном теоретической прочности на сдвиг.

Методика эксперимента. Микроиндентирование проводили на установке “Микроиндентор” при комнатной температуре (нагрузка в пределах до $P = 3\text{Н}$) алмазной пирамидой Берковича ($\alpha = 65^\circ$) с автоматически выполняемым нагружением и разгрузением, а также записью диаграмм 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 характеристик P_{\max} , h_{\max} , h_f , h_c , h_s , H , E^* , E определялись, вычислялись и фиксировались автоматически с использованием формул и работ [5, 6] (в частности, твердость H определяли как отношение нагрузки к площади проекции отпечатка на глубине h_c : $H = 0,418 P_{\max}/h_c^2$).

Основные изученные материалы: металлы и сплавы с различным типом кристаллической решетки и в различных структурных состояниях (в том числе и в наноструктурном) — Al, Cr, Fe, Mg, Ti, Cu, Zr, W, Si (100), Cu — 20% Zr, Ni — Al — Re, (Ti, W) C — Co, Cr —

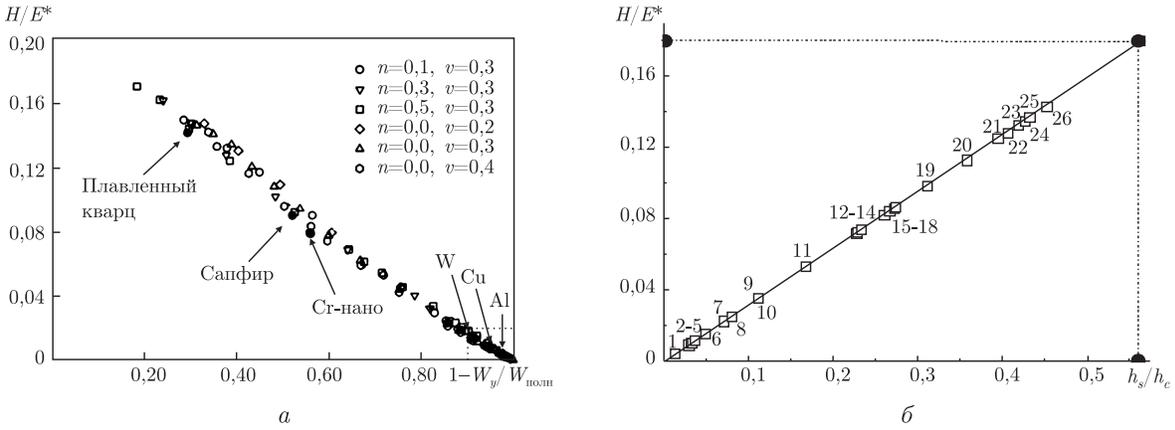


Рис. 2. Зависимость величины H/E^* от отношения неупругой части работы индентирования к полной работе (а) и от величины отношения h_s/h_c (б):

а — результаты работы [2], полученные расчетным путем; б — результаты настоящей работы. Выполнены графическое представление уравнения индентирования (6), его экспериментальная проверка и построение тарировочной зависимости для индентора Берковича. Затемненными точками обозначены предельные значения соответствующих величин.

Цифры на диаграмме — номера материалов: 1 — Al; 2 — Fe; 3 — Mg; 4 — Cr; 5 — Ti; 6 — Cu; 7 — W; 8 — Cu — 20% Zr (деформированный); 9 — Ni — 3% Al — 12% Re; 10 — Zr (деформированный); 11 — Ti (деформированный); 12 — Ti — 20% V; 13 — W — 6% Co; 14 — Ti_3SiC_2 (наноламинат); 15 — W — 8% Co; 16 — Al — 40% Cu — 18% Fe (квазикристалл); 17 — Cr — $ZrCr_2$ (эвтектика); 18 — Si монокристалл (111); 19 — W — 45% Ti — 10% Co; 20 — Ti — 25% Zr — 10% Ni — 10% Cu — 5% Co (рентгеноаморфный); 21 — SiO_2 (аморфный); 22 — Ti — 41% Zr — 17% Ni (квазикристалл); 23 — TiN (пленка); 24 — Co — 4% Fe — 8% Si — 3% B (аморфный); 25 — SiC; 26 — Si (аморфный)

ZrCr₂, Ti — 20% V, Al — Cu — Fe, Ti — Zr — Ni, Ti — Zr — Mn — Sn; керамические — SiC, TiC, TiN, Ti_3SiC_2 ; материалы в аморфном и аморфно-нанокристаллическом состояниях — Si, SiO_2 , Co — Fe — Si — B.

Экспериментальные результаты и их обсуждение. На рис. 2 результаты определения H/E^* представлены в зависимости от отношения неупругой части работы индентирования к полной работе (рис. 2, а в [2, 9]) и от отношения величины h_s/h_c (рис. 2, б — настоящее сообщение). Как следует из сравнения этих графиков, в обоих случаях отмечается зависимость, близкая к прямолинейной, но в случае рис. 2, б разброс значений существенно меньше. Зависимость, представленная на рис. 2, б, имеет глубокий смысл. Она получена на основе выражений (1) и (4). Выразив каждое из них через величину $(dP/dh)_{h_{max}}$, приравниваем их между собой, а в полученном соотношении связь нагрузки P_{max} с площадью проекции отпечатка выражаем через твердость H и глубину внедрения h_c . Аналитически это выразим следующим образом:

$$\left(\frac{dP}{dh}\right)_{h_{max}} = 2E^* \frac{\sqrt{F}}{\sqrt{\pi}} = 0,72 \frac{P_{max}}{h_s}, \quad \frac{2E^*}{0,72\sqrt{\pi}} = \frac{P_{max}}{F} \cdot \frac{\sqrt{F}}{h_s},$$

где $F = 5,196 \text{ tg}^2 \alpha \cdot h_c^2$ — площадь проекции отпечатка на глубине h_c , а $P_{max}/F = H$. В результате выполненных преобразований получим выражение:

$$\frac{H}{E^*} = K \frac{h_s}{h_c}, \tag{5}$$

где $K = 2/(0,72\sqrt{\pi} \cdot \sqrt{5,196 \text{ tg} \alpha}) = 0,687/\text{tg} \alpha = 0,687 \text{ ctg} \alpha$ — константа формы индентора.

Для используемого в работе индентора Берковича величина $K = 0,3206$; в результате уравнение (5) преобразуем к виду

$$\frac{H}{E^*} = 0,3206 \frac{h_s}{h_c}. \quad (6)$$

Принимая допущение, что перемещения индентора пропорциональны деформациям [1], можно сказать, что в уравнениях (5) и (6) (в соответствии с рис. 1 и с выражениями (3) и (4)) величина отношения h_s/h_c характеризует долю полностью упругой деформации материала (в той части отпечатка материала, которая имеет место в углублении вокруг индентора — здесь происходит только упругая деформация материала) в упругопластической деформации системы материал — индентор (в той части отпечатка материала, которая находится в контакте с индентором — здесь материал деформируется упругопластически, индентор — упруго). Таким образом, величина отношения твердости к модулю упругости прямо пропорциональна величине, которая характеризует относительную полностью упругую (“чисто” упругую) деформацию материала. Аналогичное соотношение, в котором рассматривается общая упругая деформация материала в системе материал — индентор, представлено в работе [1].

Следует обратить внимание на то, что поскольку для данного материала и данных условий индентирования величина отношения H/E^* постоянная, а, следовательно, при нарастании нагрузки в процессе автоматического индентирования, когда значения h_s и h_c непрерывно увеличиваются, их отношение h_s/h_c также будет оставаться постоянным (см. рис. 1).

Результаты обработки экспериментальных данных по индентированию изученных в работе материалов представлены на рис. 2, б. Как видно, имеет место не только строго прямолинейная зависимость, отвечающая уравнению индентирования (5), но и совпадение константы пропорциональности, равной 0,32 для индентора Берковича в соответствии с уравнением (6). Эта прямая линия является фактически тарировочной для данных условий индентирования материалов.

Анализ соотношений (3) и (4) показал, что величины h_s и h_c в дополнение к своей особенности сохранять постоянным их отношение при увеличении нагрузки обладают свойством иметь предельные значения.

Действительно, в соответствии с [4], функция, описывающая ветвь разгрузки на начальном участке в предельном случае полностью упругой деформации, имеет такой же вид, как и ветвь нагружения, т. е. $P_{\max} = \lambda h_{\max}^2$ (ветви нагружения и разгрузки совпадают). Возможность существования такой ситуации подтверждена экспериментально, например, на алмазе [10], а также в нашей работе на кварце и аморфных материалах при использовании индентора с большими углами заточки. С другой стороны, дифференцирование величины $(dP/dh)_{h_{\max}}$ с учетом “предельной” функции ветви разгрузки приводит к соотношению $(dP/dh)_{h_{\max}} = 2\lambda h_{\max}$. Заменив в выражении (4) числитель и знаменатель на соответствующие им предельные величины, получаем максимальное предельное значение глубины внедрения h_s индентора (см. рис. 1):

$$h_s^{\max} = 0,36h_{\max}. \quad (7)$$

Так как величина h_s может иметь предельное максимальное значение (7), т. е. $h_s \leq 0,36h_{\max}$, следовательно, соответствующее ему значение величины h_c будет являться предельным минимальным (см. рис. 1). Подставив выражение (7) в (3), получаем выражение

для минимального предельного значения глубины внедрения индентора: $h_c^{\min} = 0,64h_{\max}$, т. е. $h_c \geq 0,64h_{\max}$.

Отношение предельных значений величин h_s и h_c , как видно, равно

$$\frac{h_s^{\max}}{h_c^{\min}} = 0,5625. \quad (8)$$

Как следует из приведенных рассуждений, отношение (8) является предельной константой индентирования независимо от материала и условий индентирования. Действительно, она определяется только двумя числами: константой формы индентора, равной 0,72 [6], и показателем степени n в уравнении $P_{\max} = \beta h_{\max}^n$, описывающем ветвь нагружения. В условиях же соблюдения закона подобия отпечатка при индентировании всегда $n = 2$.

Подстановка константы индентирования (8) в уравнение индентирования (5) приводит его к виду, из которого следует принципиальная возможность существования предельного значения твердости $H^{\text{пред}}$ материала: $H^{\text{пред}} = 0,386 \text{ ctg } \alpha \cdot E^*$. Как видно, оно определяется эффективным (“контактным”) модулем упругости E^* материала (прямо пропорционально) и углом α при вершине индентора (снижается с уменьшением общей деформации материала под индентором). Применительно к индентору Берковича (уравнение (6)) оно принимает вид:

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

Точка с “предельными” координатами $h_s^{\max}/h_c^{\min} = 0,5625$ и $H^{\text{пред}}/E^* = 0,1803$, нанесенная на зависимость рис. 2, располагается на продолжении тарировочной прямой и находится в полном соответствии с экспериментальными данными.

Формула (9) позволяет определить предельное значение твердости $H^{\text{пред}}$ конкретного материала, используя величину “контактного” модуля нормальной упругости E^* . Если же воспользоваться модулем Юнга E , то необходимо, как следует из соотношения (2), использовать величину коэффициента Пуассона ν . В этом случае применительно к индентору Берковича и принятого в работе значения $\nu = 0,25$ (в случае, когда значение ν для данного материала не было известно) получается выражение: $H^{\text{пред}} = 0,192E/(1 + 0,00087E)$.

Расчет показывает, что предельные значения твердости материалов могут достигать значительных величин. Например, при индентировании алмаза, для которого принимается значение модуля нормальной упругости $E = 1160$ ГПа, являющегося самым высоким из числа известных материалов, можно ожидать и самое высокое значение твердости. Действительно, использование алмазного индентора Берковича и коэффициента Пуассона $\nu = 0,07$ дает расчетное значение $H^{\text{пред}} = 105$ ГПа. Это значение с большой точностью совпадает с известными значениями, приведенными в работах [11, 12].

Выполненный в работе [6] анализ результатов, представленных в статье [2], показал, что приведенная на рис. 2, а зависимость может быть в первом приближении аппроксимирована выражением $H/E^* \approx 0,2 - 0,2(W_t - W_u)/W_t$. Из него следует, что, во-первых, связь между величиной H/E^* и упругопластическими характеристиками материалов в форме соотношения выполненных работ может быть линейной. Во-вторых, величина H/E^* должна иметь предельное значение в районе $H/E^* \approx 0,2$. Результаты настоящей работы, представленные на рис. 2, б, показывают, что в рамках рассмотренной модели индентирования величина H/E^* строго линейно связана с отношением h_s/h_c и эти отношения имеют вполне определенные предельные численные значения — выражения (8) и (9).

Очевидно, что для материала с данным модулем упругости отношение $H^{\text{пред}}/E^*$ не может превысить 0,1803 (для индентора Берковича), а реальная предельная теоретическая твердость при формировании упругопластического отпечатка будет ниже этой величины. Отметим, что наиболее высокие значения удельной твердости ($H/E^* \approx 0,14-0,15$) отвечают аморфным или аморфно-нанокристаллическим (квазикристаллическим) состояниям (см. рис. 2, б). Дальнейшие исследования таких предельно упрочненных материалов позволят уточнить значения теоретической прочности материалов с различным типом связи и различной структурой.

Наличие уравнения индентирования (5) позволяет контролировать корректность выполнения эксперимента на предмет получения достоверных значений твердости (в том числе и предельных), модуля нормальной упругости, а также характеристик упругой и упругопластической деформации. Таким контролирующим фактором является соответствие полученных данных уравнению (5), т. е. расположение экспериментальных точек на тарировочной прямой (см. рис. 2).

Таким образом, аналитически полученное и экспериментально подтвержденное уравнение (5) является фундаментальным уравнением индентирования, так как оно отражает закономерности процесса индентирования и непосредственно устанавливает связь прочностных характеристик материала (т. е. возникающих в нем напряжений) в области полностью упругой (E^*) и упругопластической (H) деформаций с основными показателями автоматически записанной диаграммы индентирования (в первую очередь, величин глубины внедрения h_s и h_c).

1. Мильман Ю. В. Новые методики микромеханических испытаний материалов методом локального нагружения жестким индентором // Сучасне матеріалознавство XXI сторіччя. – Київ: Наук. думка, 1998. – С. 637–656.
2. Cheng Yang-Tse, Cheng Che-Min. Relationships between hardness, elastic modulus, and the work of indentation // Appl. Phys. Lett. – 1998. – **73**, No 5. – P. 614–616.
3. Галанов Б. А., Григорьев О. Н. Аналитическая модель индентирования хрупких материалов // Электрон. микроскоп. и прочность материалов. – 2006. – **13**. – С. 4–42.
4. Бульчев С. И., Алехин В. П., Шоршоров М. Х., Терновский А. П. Исследование механических свойств материалов с помощью кинетической диаграммы нагрузка – глубина отпечатка при микровдавливании // Пробл. прочности. – 1976. – № 9. – С. 79–83.
5. Doener M. F., Nix W. D. Indentation problems // J. Mater. Res. – 1986. – **1**. – P. 601–614.
6. Oliver W. C., 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.
7. Musel J. Hard and superhard nanocomposite coatings // Surface and Coat. Technol. – 2000. – **125**. – P. 322–330.
8. Veprek S. The search for novel, superhard materials // J. Vac. Sci. and Technol. – 1999. – **17**. – P. 2401–2420.
9. Фирстов С. А., Розуль Т. Г. Теоретическая (предельная) твердость // Доп. НАН України. – 2007. – № 4. – С. 110–114.
10. McHargue C. J. Indentation testing of thin films and hard materials // Thin Solid Films. – 1988. – **162**. – P. 363–375.
11. Григорьев О. Н. Исследование пластических и прочностных свойств сверхтвердых материалов методами микровдавливания // Порошк. металлургия. – 1982. – № 1. – С. 74–84.
12. Gielisse P. J. Mechanical properties of diamond films and related materials // Proc. of the Third Intern. Simp. on Diamond Films. – Sn.-Petersburg, June 16–19, 1996. – Sn. – Petersburg, 1996. – P. 281–295.

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

Поступило в редакцию 14.05.2007