

Получение, структура, свойства

УДК 620.178.1

Б. А. Галанов^{1,*}, С. Н. Дуб²

¹Институт проблем материаловедения

им. И. Н. Францевича НАН Украины, г. Киев, Украина

²Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля

НАН Украины, г. Киев, Украина

*gbaprofil@gmail.com

Критические комментарии к методике Оливера-Фара для измерения твердости и упругого модуля посредством инструментального индентирования и уточнение ее базисных соотношений

Выполнен критический анализ метода Оливера и Фара для определения твердости и модулей упругости материалов приборами инструментального индентирования с непрерывной записью диаграмм $P-h$ (P – сила, действующая на индентор, h – сближение индентора и образца). В базисных теоретических соотношениях этого метода выявлены ошибки и их недостаточная обоснованность. В частности, это относится к неправильному определению “глубины упругого контакта h_c ”, которая является основой этих соотношений. Предложены новые уточненные базисные соотношения и формулы для определения твердости и модулей упругости, в которых устранены указанные недостатки и которые основаны только на предположении упругой разгрузки индентора в соответствии с классическими теориями упругого контакта. По данным диаграммы $P-h$, измеренным в произвольной лабораторной системе координат, дополнительно предложен уточненный метод устойчивого определения контактной жесткости $S = dP/dh$ в начале разгрузки и определение положения диаграммы $P-h$ в общепринятой теоретической системе координат, в которой записаны ее основные классические модельные соотношения. Эти уточнения сделаны без дополнительных к гипотезам метода Оливера и Фара предположений и экспериментальных измерений.

Ключевые слова: индентирование, твердость, модули упругости, контактная жесткость, упругопластические деформации.

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время для определения твердости и упругих модулей материалов широкое распространение получил инструментальный

© Б. А. ГАЛАНОВ, С. Н. ДУБ, 2017

метод [1, 2], использующий непрерывную запись экспериментальной диаграммы индентирования $P-h$, где P – сила, действующая на индентор, h – сближение индентора и образца. Основой этой методики являются функциональные теоретические соотношения между P и h , которые получены для разгрузочной ветви диаграммы $P-h$ из известных решений упругой контактной задачи и предложены в 70-х годах прошлого столетия Булычевым, АLEXИНЫМ и ШОРШОРОВЫМ [3, 4] для использования в инструментальной технике индентирования при определении твердости и упругих модулей материалов. Работы [3, 4] стали базой для последующего развития и усовершенствования техники измерения твердости и упругих модулей приборами инструментального индентирования [1, 2, 5–10] с непрерывной записью диаграмм $P-h$ в широком диапазоне сил P и перемещений h .

Применение и улучшение этого метода выявило также его недостатки, ограничения и трудности использования, которые анализировали, обсуждали и сравнивали с другими методами в многочисленных работах [1, 2, 5–10], где предлагали разнообразные поправки (в том числе поправки, полученные экспериментальным путем). В [2] дан некоторый систематический анализ этих проблем. Однако выполненный нами критический анализ основных теоретических положений и формул указанного метода инструментального определения твердости и упругих модулей, показал, что отмеченные в этих работах критические замечания не являются принципиальными и существенными. Это обстоятельство послужило мотивацией для настоящей работы, посвященной более глубокому критическому переосмыслению (пересмотру) функциональных основных теоретических соотношений указанного метода и их уточнений. Были выявлены ошибки в функциональных базисных соотношениях методики [1, 2] и недостаточная обоснованность ее некоторых положений. В частности, неправильно определена глубина контакта h_c (являющаяся базисной величиной метода [1, 2]) и недостаточно обосновано определение жесткости $S = dP/dh$ на начальном участке разгрузочной ветви кривой $P-h$, поскольку определение производной $S = dP/dh$ по экспериментальным данным является некорректной задачей, связанной с неустойчивостью $S = dP/dh$ к малым возмущениям этих данных. Предложено уточнение ее базисных соотношений, основанное только на предположении упругой разгрузки индентора в соответствии с классическими теориями упругого контакта, в котором устранены указанные недостатки. По экспериментальным данным диаграммы $P-h$, измеренным в произвольной системе координат, дополнительно предложена методика определения положения нагрузочной и разгрузочной ветвей диаграммы $P-h$ в общепринятой теоретической системе координат, в которой записаны основные классические модельные соотношения. Эти уточнения сделаны без привлечения дополнительных (к гипотезам [1, 2]) предположений и экспериментальных измерений. Результаты иллюстрируются примерами применения уточнений и указываются пути дальнейшего усовершенствования методики измерения твердости и модулей упругости материалов.

МОДЕЛЬНЫЕ СООТНОШЕНИЯ ДЛЯ БАЗИСНЫХ ПОЛОЖЕНИЙ УТОЧНЕННОЙ МЕТОДИКИ

Анализ методики Оливера-Фара и комментарии к ней

Широко распространенный метод Оливера-Фара [1, 2] для определения твердости HM и эффективного модуля Юнга E^* основан на использовании экспериментальных значений максимальной прижимающей силы P_{max} , соот-

ветствующей ей максимального сближения h_{\max} индентора и образца, значений упругой жесткости индентора и образца $S = dP/dh$, которые измерены на разгрузочной ветви непрерывной диаграммы индентирования $P-h$ при $P = P_{\max}$ и $h = h_{\max}$ (рис. 1, точка B). Предполагается, что поверхность контакта индентора и плоского образца после деформации и поверхность самого индентора – одного и того же типа: сферическая, если индентор имеет сферическую поверхность; коническая, если индентор имеет коническую поверхность; пирамидальная, если индентор имеет пирамидальную поверхность, и т. д. После разгрузки, которая предполагается упругой, поверхности индентора и образца обладают тем же свойством, т. е. они являются поверхностями того же типа, что и индентор, и в начале повторного нагружения касаются в одной точке. Однако следует отметить, что в этой методике указанные гипотезы неоднократно нарушаются введением аппроксимации разгрузочной кривой (см. формулу (1) в [2]), поправочных коэффициентов β (см. формулы (6), (20), (21) в [2]) и некоторых дополнительных предположений.

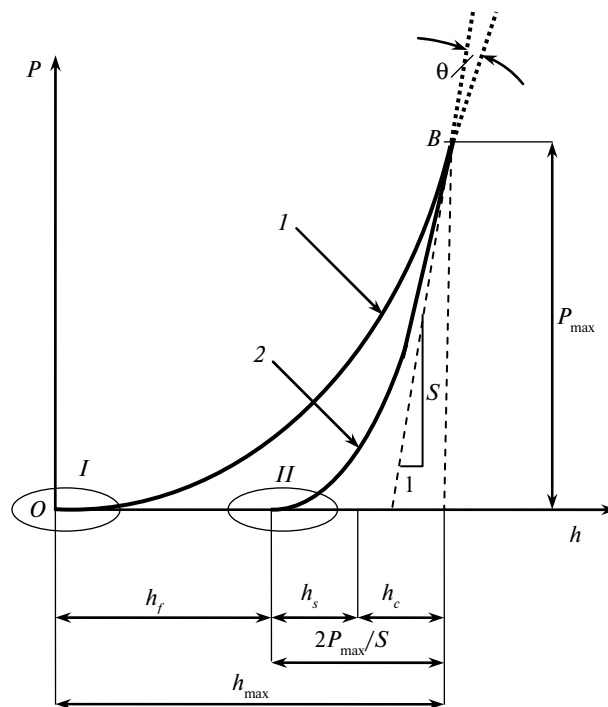


Рис. 1. Схема зависимости $P(h)$: участки нагрузки (1) и разгрузки (2) индентора; I – область малых значений $P \sim P_c$ и $h \sim \delta_c$, II – область малых значений $P \sim P_c$ и $(h - h_f) \sim \delta_c$; P_c , δ_c – характеристические масштабы малых сил P и перемещений δ .

К сожалению, в теоретической основе этой методики лежит неверно принятое значение h_c (глубины упругого контакта), по которой определяется площадь контакта: в формулах (8) [1] и (3) [2] принято $h_c = h_{\max} - h_s$ (h_s – упругий прогиб поверхности образца на границе области контакта). В действительности эта величина равна

$$h_c = h_{\max} - h_s - h_f$$

так как прогиб h_s должен рассматриваться относительно плоскости $z = h_f$, которая проходит через точку касания эквивалентного конуса с вершиной отпечатка (рис. 2), как это делается в задаче упругого контакта жесткого конуса с полупространством [11] (здесь h_f – глубина отпечатка, см. рис. 1, 2).

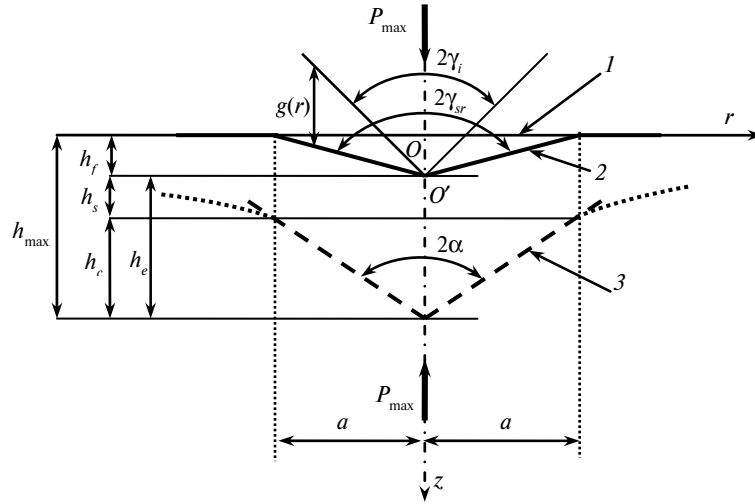


Рис. 2. Расчетная (модельная) схема упругого внедрения в цилиндрической системе координат $O r \varphi z$ конического индентора с углом при вершине $2\gamma_i$ в конический отпечаток с углом при вершине $2\gamma_{sr}$ (соотношения размеров сильно искажены): 1 – начальная поверхность образца $z = 0$; 2 – поверхность отпечатка; 3 – эквивалентный конический индентор.

Замечание 1. h_c правильнее было бы назвать “условной глубиной контакта”, так как она зависит от величин, относящихся как к индентору, так и к образцу. Только при абсолютной жесткости индентора она является глубиной контакта.

В соответствии с [11] для упругой составляющей сближения $h_e = (h_{\max} - h_f) = \frac{2P_{\max}}{S}$ произвольного конуса с полупространством имеем

$$h_{\max} - h_f = h_s + h_c = h_c \left(\frac{\pi}{2} - 1 \right) + h_c = h_c \frac{\pi}{2} = h_s \frac{\pi}{\pi - 2}.$$

Это связано с тем, что при упругом контакте любого конуса с полупространством между h_e , h_s , h_c существуют постоянные относительные соотношения, не зависящие от угла конуса при его вершине (см. рис. 2 и [11]). Поэтому $h_s = \frac{2(\pi - 2)}{\pi} \frac{P_{\max}}{S} \approx 0,73 \frac{P_{\max}}{S}$ и $h_c = \frac{4}{\pi} \frac{P_{\max}}{S}$. В [1, 2] принято

$$h_c = h_{\max} - h_s = h_{\max} - \frac{2(\pi - 2)}{\pi} \frac{P_{\max}}{S}, \text{ вместо значения } h_c = \frac{4}{\pi} \frac{P_{\max}}{S}, \text{ т. е. не}$$

учитывается то обстоятельство, что на разгрузочной ветви индентор контактирует с образцом, имеющим остаточные пластические деформации (проявляющиеся в существовании h_f). Связь между величинами на рис. 1, а также между величинами в [1] (на рис. 19) и [2] (на рис. 2), следующая:

$$h_c = h_{\max} - h_f - h_s; \quad h_s = \frac{2}{\pi} (\pi - 2) \frac{P_{\max}}{S} = \varepsilon \frac{P_{\max}}{S} \quad (\varepsilon = \frac{2}{\pi} (\pi - 2) \approx 0,73 \text{ для конуса}).$$

Здесь $S = \frac{dP}{dh} \Big|_{h=h_{\max}} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E^* \sqrt{A}$ – экспериментально измеряемая жест-

кость разгрузочной ветви кривой $P-h$ [1, 2]; θ на рис. 1 – угол между касательными к нагрузочной и разгрузочной ветвям диаграммы $P-h$ в точке $B(h_{\max}, P_{\max})$. Этот угол определяется соотношением

$$\operatorname{tg}\theta = \frac{S - S^*}{1 + SS^*},$$

где S^* – жесткость нагрузочной ветви в точке $B(h_{\max}, P_{\max})$. Если $\theta \neq 0$, то в образце существуют пластические деформации, т. е. угол θ является индикатором наличия пластических деформаций в образце. Функция $\theta(h)$, $h \geq 0$, $\theta(0) = 0$ является возрастающей. К сожалению, в методике определения твердости HM и эффективного модуля Юнга E^* нет рекомендаций по выбору точки $B(h_{\max}, P_{\max})$ на диаграмме $P-h$, когда пластические деформации достаточно развиты (т. е. критерия достаточной развитости пластических деформаций). Отметим, что только на основе диаграммы $P-h$ такие *a priori* рекомендации, по видимому, нельзя дать.

На рис. 2 для разгрузочной ветви, показанной на рис. 1, представлена поясняющая расчетная схема упругого контакта конуса с углом при вершине $2\gamma_i$ и конического отпечатка с углом при вершине $2\gamma_{sr}$. На этой схеме указаны h_e , h_s , h_c , а также конический эквивалентный индентор с углом при вершине 2α , $\operatorname{ctg}\alpha = \operatorname{ctg}\gamma_i - \operatorname{ctg}\gamma_{sr}$, внедряемый в упругое полупространство $z > h_f$ с границей $z = h_f$ и эффективным упругим модулем

$$E^* = \left(\frac{1 - \nu_i^2}{E_i} + \frac{1 - \nu_s^2}{E_s} \right)^{-1},$$

где E_i , ν_i , E_s , ν_s – соответственно модули Юнга и Пуассона индентора и образца; $g(r) = r \operatorname{ctg}\alpha$ – зазор между коническими поверхностями отпечатка и индентора, касающимися своими вершинами в точке O' после разгрузки; $a = h_c \operatorname{tg}\alpha$ – радиус области упругого контакта после последующего нагружения индентора и отпечатка силой P_{\max} , предполагается равным радиусу отпечатка, когда среднее контактное давление под конусом равно твердости HM . Поэтому этот радиус равен радиусу области контакта индентора с образцом при $P = P_{\max}$ и $h = h_{\max}$ (см. рис. 1) после первого нагружения образца. Также как и в задаче Герца, упругие тангенциальные перемещения (параллельные плоскости $z = 0$) не учитываются, вследствие их малости по сравнению с вертикальными перемещениями (в направлении оси z). Упругая составляющая сближения индентора и образца h_e может быть представлена в виде

$$h_e = h_i^* + h_s^*; \quad h_i^* = h_e \frac{E^*}{E_i}; \quad h_s^* = h_e \frac{E^*}{E_s}; \quad \frac{1}{E_i^*} = \frac{1 - \nu_i^2}{E_i}; \quad \frac{1}{E_s^*} = \frac{1 - \nu_s^2}{E_s},$$

где индексы i и s относятся соответственно к индентору и образцу.

Таким образом, в [1, 2] для глубины контакта взято ошибочное значение $h_c = h_{\max} - h_s = h_{\max} - \frac{2(\pi - 2)}{\pi} \frac{P_{\max}}{S}$, вместо $h_c = \frac{4}{\pi} \frac{P_{\max}}{S}$. Это приводит к систематическим ошибкам при измерении твердости (до 10 %) и упругих модулей материалов (до 15 %), которые были замечены экспериментаторами [5–10]. Были попытки учета в базисных соотношениях методики [1, 2] упругой деформации инденторов [5–10], несовершенства их геометрии и других фак-

торов [1, 2]. В настоящей статье даны теоретически обоснованные и уточненные базисные формулы для вычисления HM и E^* , которые учитывают упругую деформацию индентора и образца при определении площади контакта и используют те же экспериментальные значения диаграммы $P-h$. Также выполнен анализ этого уточнения, которое особенно существенно для высокопрочных материалов и в случаях, когда упругие жесткости индентора и образца соизмеримы. Предложена новая аппроксимация разгрузочной ветви диаграммы $P-h$, при этом используется та часть ветви, которая измеряется с меньшей погрешностью. В связи с тем, что сделанное уточнение существенно влияет на площадь контакта, то результаты определения жесткости контакта [2] должны быть пересмотрены.

В частности, это относится к первому члену представления (23) в [2], а также к начальному участку нагрузочной ветви и конечному участку разгрузочной ветви диаграммы $P-h$, т. е. при малых P , h и $h - h_f$ (см. рис. 1–4). На указанных участках в контактной механике учитывают также поверхностные силы адгезии, а перемещение принято обозначать символом δ вместо h [12–15]).

В связи с тем, что в [1, 2] на указанных участках недостаточно внимания уделено определению положения начала координат относительно системы координат, в которой выполняются экспериментальные измерения, особое внимание должно быть уделено его уточнению, как это сделано в [14, 15]. В начальном приближении это может быть сделано без учета сил адгезии. Отметим, что на рассматриваемых участках диаграммы $P-h$ контакт индентора и образца приближенно предполагается упругим (как это принято и обосновано в [11, 16]) несмотря на наличие пластических деформаций в малой окрестности вершины конуса. Кроме того, экспериментальные результаты, полученные для конечного участка разгрузочной ветви для некоторых материалов, на наш взгляд, могут быть ненадежными. Это связано с тем, что тип поверхности отпечатка, вообще говоря, не соответствует типу поверхности индентора и, кроме того, с возможностью вторичного пластического течения при разгрузке.

С целью упрощения изложения далее вывод расчетных формул выполняется для конического индентора. Расчетная схема индентирования, аналогичная схемам в [1] (рис. 19) и [2] (рис. 2), показана на рис. 2. Угол остаточного отпечатка γ_{sr} (см. рис. 2) определяется уравнением [17]

$$\operatorname{ctg}\gamma_{sr} = \operatorname{ctg}\gamma_i - \frac{2HM}{E^*}, \quad (1)$$

где $\frac{1}{E^*} = \frac{1}{E_i^*} + \frac{1}{E_s^*}$, $\frac{1}{E_i^*} = \frac{1-\nu_i^2}{E_i}$, $\frac{1}{E_s^*} = \frac{1-\nu_s^2}{E_s}$; E_i , ν_i , E_s , ν_s – соответственно модуль Юнга и коэффициент Пуассона материала индентора и образца. Аддитивный член $\frac{2HM}{E^*} = \frac{2HM}{E_s^*} + \frac{2HM}{E_i^*}$ в правой части (1) определяет упругое восстановление образца s и индентора i . По аналогии с [17] для угла ψ конического индентора под нагрузкой (рис. 3) из (1) получаем соотношение

$$\operatorname{ctg}\psi = \operatorname{ctg}\gamma_i - \frac{2HM}{E_i^*}, \quad (2)$$

причем $\text{ctg}\gamma_{sr} = \text{ctg}\psi - \frac{2HM}{E_s^*}$. В соответствии с принятыми ранее гипотезами

в формулах (1), (2) углы γ_{sr} , ψ следует рассматривать как некоторые эффективные углы (а не локальные), аппроксимирующие угол отпечатка и индентора под нагрузкой соответственно. Введение эффективных углов оправдывается тем, что здесь и далее рассматриваются средние по области контакта значения величин [17].

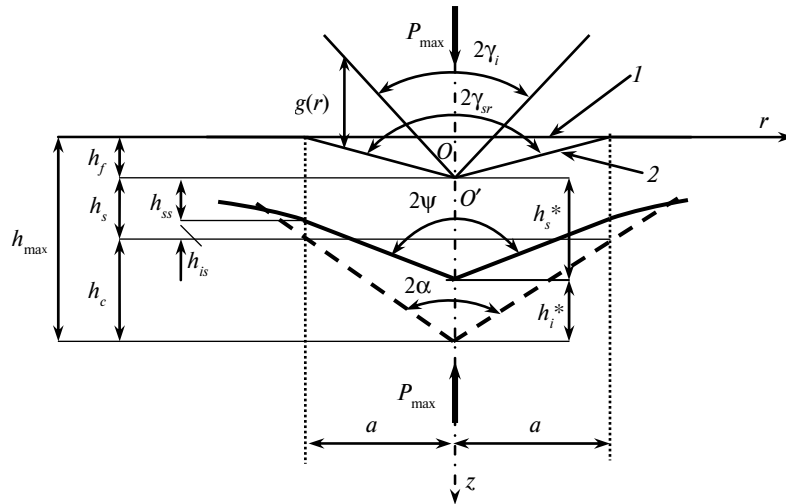


Рис. 3. Расчетная (модельная) схема для определения твердости, учитывающая равенства (18): 1 – начальная поверхность образца $z = 0$; 2 – поверхность отпечатка; $h_{ss} = h_s \frac{E_s^*}{E_s}$,

$$h_{is} = h_s \frac{E_s^*}{E_i^*}, h_e = h_i^* + h_s^* = h_{\max} - h_f.$$

Замечание 2. Приведенные результаты представлены для случая внедрения конуса с углом при вершине $2\gamma_i$. Переход от пирамидальных или сферических инденторов к эквивалентному коническому (и наоборот) может быть выполнен с использованием условия равенства площадей проекций отпечатков, оставляемых разными инденторами при одинаковом объеме внедрения (одинаковой глубине внедрения для пирамидальных и конических инденторов). Это условие приводит к следующему соотношению между углами заострения эквивалентных конических, пирамидальных (трех- и четырехгранных) и сферических инденторов:

$$\text{ctg}\gamma_i = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \text{ctg}\gamma_V = \sqrt[4]{\frac{\pi^2}{27}} \text{ctg}\gamma_B = \frac{3}{4} \frac{a}{R}, \quad (3)$$

где γ_i , γ_V , γ_B – углы заострения соответственно инденторов конических, четырехгранных (например, Виккерса, $\gamma_V = 68^\circ$) и трехгранных (например, Берковича, $\gamma_B = 65^\circ$); a/R – отношение радиуса отпечатка к радиусу сферического индентора. Если индентор является правильной пирамидой (трехгранной или четырехгранной), то формулы, соответствующие (1), (2), имеют вид

$$\text{ctg}\gamma_{sr} = \text{ctg}\psi - \frac{HM}{kE_s^*}, \quad \text{ctg}\gamma_i = \text{ctg}\psi + \frac{HM}{kE_i^*}, \quad k = 0,565, \quad (4)$$

где угол ψ должен быть предварительно приведен с помощью формулы (3) к углу между гранью и осью пирамиды, а углы γ_{sr}, γ_i – должны рассматриваться также как углы между гранью и осью соответствующих пирамид. Переход в (4) к эквивалентному углу γ_i обосновывается также тем, что для пирамидальных инденторов в нагруженном состоянии граница области контакта индентора и образца не лежит в одной плоскости (т. е. является пространственной кривой) и h_s (см. рис. 2) является функцией координаты r .

Определение твердости по размеру отпечатка

В соответствии с принятыми гипотезами площадь проекции отпечатка на плоскость $z = 0$ (см. рис. 2) равна

$$A = F(h_f), F(h_f) = \pi a^2 = \pi h_f^2 \operatorname{tg}^2 \gamma_{sr}. \quad (5)$$

Отсюда, а также из определения твердости и из уравнения (1), для твердости HM по Мейеру получаем квадратное уравнение

$$HM = \frac{P_{\max}}{A} = \frac{P_{\max}}{\pi h_f^2} \operatorname{ctg}^2 \gamma_{sr} = \frac{P_{\max}}{\pi h_f^2} \left(\operatorname{ctg} \gamma_i - \frac{HM}{E^*} \right)^2, \quad (6)$$

где $h_f = h_{\max} - \frac{2P_{\max}}{S}$, $\frac{1}{E^*} = \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} + \frac{1 - \nu_s^2}{E_s}$, γ_i – угол между осью недеформированного конического индентора и образующей конуса. Для инденторов Берковича и Виккерса $\gamma_i = 70,3^\circ$. Если ввести безразмерные величины

$$x = \frac{\pi HM h_f^2}{P_{\max}}; \quad \beta = \frac{2P_{\max}}{\pi h_f^2 E^*}, \quad (7)$$

то уравнение (6) относительно неизвестной x (безразмерной твердости) принимает вид

$$x = (\operatorname{ctg} \gamma_i - \beta x)^2. \quad (8)$$

С помощью подстановки $y = \sqrt{x} > 0$ это уравнение приводится к квадратному уравнению

$$\beta y^2 + y - \operatorname{ctg} \gamma_i = 0$$

с решениями

$$y_{1,2} = \frac{-1 \pm \sqrt{1 + 4\beta \operatorname{ctg} \gamma_i}}{2\beta}.$$

Отсюда и из неравенства $y = \sqrt{x} > 0$ для искомого корня уравнения (8) имеем значение

$$x^* = \left(\frac{\sqrt{1 + 4\beta \operatorname{ctg} \gamma_i} - 1}{2\beta} \right)^2 = \frac{1 + 2\beta \operatorname{ctg} \gamma_i - \sqrt{1 + 4\beta \operatorname{ctg} \gamma_i}}{2\beta^2}, \quad (9)$$

где x^* зависит только от γ_i и $\beta = \frac{2P_{\max}}{\pi h_f^2 E^*}$.

Поэтому уточненное значение твердости равно

$$HM = \frac{P_{\max}}{\pi h_f^2} x^* = \frac{P_{\max}}{\pi h_f^2} \left(\frac{\sqrt{1 + 4\beta \operatorname{ctg} \gamma_i} - 1}{2\beta} \right)^2 = \frac{\pi h_f^2 E^{*2}}{16 P_{\max}} (\sqrt{1 + 4\beta \operatorname{ctg} \gamma_i} - 1)^2; \quad (10)$$

$$h_f = h_{\max} - \frac{2P_{\max}}{S},$$

где P_{\max} , h_{\max} и S определяются экспериментально. Если ввести коэффициент

$$\chi = \frac{4}{(\sqrt{1 + 4\beta \operatorname{ctg} \gamma_i} + 1)^2} \leq 1, \text{ учитывающий упругую деформацию индентора и}$$

образца, то формула (10) принимает простой вид:

$$HM = \chi \frac{P_{\max} \operatorname{ctg}^2 \gamma_i}{\pi h_f^2}. \quad (11)$$

Определение эффективного упругого модуля E^*

Теоретическая формула для разгрузочной ветви, полученная на основе решения упругой контактной задачи при вдавливания конуса в конической отпечаток [11, 16], имеет вид

$$P = \frac{2E^*}{\pi(\operatorname{ctg} \gamma_i - \operatorname{ctg} \gamma_{sr})} (h - h_f)^2, \operatorname{ctg} \gamma_{sr} = \operatorname{ctg} \gamma_i - \frac{2HM}{E^*}, h_f = h_{\max} - \frac{2P_{\max}}{S}. \quad (12)$$

После преобразований она принимает вид

$$P = \frac{E^{*2}}{\pi HM} (h - h_f)^2.$$

Отсюда, учитывая, что $HM = P_{\max}/A$ при $h = h_{\max}$ и $P = P_{\max}$, получаем известное соотношение [1–4]:

$$S = \frac{2\sqrt{A}}{\sqrt{\pi}} E^*,$$

где A – площадь проекции области контакта на плоскость $z = 0$ (см. рис. 2).

Поэтому, принимая во внимание (11), для определения E^* и HM имеем систему уравнений

$$\begin{cases} E^* = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \sqrt{\frac{HM}{P_{\max}}} S; \\ HM = \chi \frac{P_{\max} \operatorname{ctg}^2 \gamma_i}{\pi h_f^2}; \end{cases} \chi = \frac{4}{(\sqrt{1 + 4\beta \operatorname{ctg} \gamma_i} + 1)^2}, \beta = \frac{2P_{\max}}{\pi h_f^2 E^*} \quad (13)$$

с разделяющимися неизвестными. Исключая твердость HM из первого уравнения (13), после некоторых упрощений получаем следующее уравнение для определения упругого приведенного модуля E^* :

$$E^* = \frac{\operatorname{ctg} \gamma_i}{(\sqrt{1 + 4\beta \operatorname{ctg} \gamma_i} + 1) h_f} S, \beta = \frac{2P_{\max}}{\pi h_f^2 E^*}. \quad (14)$$

Если учесть, что $E^* = \frac{2P_{\max}}{\pi h_f^2 \beta}$, и ввести новую неизвестную $\xi = \beta \operatorname{ctg} \gamma_i$, то

уравнение (14) может быть приведено к следующему безразмерному квадратному уравнению:

$$\xi^2 - (b + b^2)\xi = 0, \quad b = \frac{2}{\pi} \left(\frac{h_{\max} S}{2P_{\max}} - 1 \right)^{-1} \quad (15)$$

с корнями

$$\xi_1 = 0, \quad \xi_2 = b(1 + b), \quad b = \frac{2}{\pi} \left(\frac{h_{\max} S}{2P_{\max}} - 1 \right)^{-1},$$

из которых искомым является корень

$$\xi^* = b(1 + b), \quad b = \frac{2}{\pi} \left(\frac{h_{\max} S}{2P_{\max}} - 1 \right)^{-1}. \quad (16)$$

Поэтому для упругого эффективного модуля имеем

$$E^* = \frac{2P_{\max} \operatorname{ctg} \gamma_i}{\pi h_f^2 \xi^*}, \quad \text{где } h_f = h_{\max} - \frac{2P_{\max}}{S}. \quad (17)$$

ЭКВИВАЛЕНТНЫЕ (РАВНОЦЕННЫЕ) ПО ТОЧНОСТИ ФОРМУЛЫ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТВЕРДОСТИ И УПРУГИХ МОДУЛЕЙ

В этом разделе дается вывод формул для определения твердости и упругих модулей, основанный на равенствах (см. рис. 2, 3)

$$a = h_c \operatorname{tg} \alpha = h_\psi \operatorname{tg} \psi = h_f \operatorname{tg} \gamma_{sr}, \quad (18)$$

где h_ψ определяет глубину контакта деформированного индентора (под нагрузкой) с углом при вершине 2ψ ; 2α – угол при вершине конического абсолютно жесткого эквивалентного индентора, внедряемого в упругое полупространство $z > h_f$ с границей $z = h_f$ и эффективным упругим модулем E^* , $\operatorname{ctg} \alpha = \operatorname{ctg} \gamma_i - \operatorname{ctg} \gamma_{sr}$. Равенства (18) определяют радиус области контакта a с точностью до значений упругих тангенциальных (параллельных плоскости $z = 0$) перемещений. Так же, как и в задаче Герца, в равенствах (18) не учитываются эти перемещения, ввиду их малости по сравнению с упругими перемещениями в направлении оси z и перемещениями, связанными с пластическими деформациями. Упругая контактная задача, учитывающая тангенциальные перемещения в области контакта, исследована в [18–20].

Формулы на основе угла α , определяющего зазор между поверхностями отпечатка и индентора

Площадь проекции упругого контакта на плоскость $z = h_f$ (см. рис. 2, 3):

$$A = F(h_c), \quad F(h_c) = \pi a^2 = \pi (h_c)^2 \tan^2 \alpha, \quad \operatorname{ctg} \alpha = \operatorname{ctg} \gamma_i - \operatorname{ctg} \gamma_{sr}.$$

Она равна площади проекции области контакта индентора и образца на первоначальную плоскую поверхность образца $z = 0$, если пренебречь тангенциальными упругими перемещениями. Отсюда и из (1), (2) для твердости HM по Мейеру получаем квадратное уравнение

$$HM = \frac{P_{\max}}{A} = \frac{P_{\max}}{\pi h_c^2} \operatorname{ctg}^2 \alpha = \frac{P_{\max}}{\pi h_c^2} \left(\frac{2HM}{E^*} \right)^2, \text{ где } h_c = \frac{2}{\pi} (h_{\max} - h_f) = \frac{4}{\pi} \frac{P_{\max}}{S}.$$

Поэтому

$$HM = \frac{4}{\pi} \frac{P_{\max} E^{*2}}{S^2}, \quad (19)$$

где эффективный упругий модуль определяется формулами (17). Пользуясь формулой (17) можно исключить упругий модуль из (19). Тогда получим формулы

$$HM = \frac{64}{\pi^3} \frac{P_{\max}^3 \operatorname{ctg}^2 \gamma_i}{S^2 h_f^4 \xi^{*2}}; \quad h_f = h_{\max} - \frac{2P_{\max}}{S}; \quad \xi^* = b(1+b), \quad b = \frac{2}{\pi} \left(\frac{h_{\max} S}{2P_{\max}} - 1 \right)^{-1}, \quad (20)$$

которые содержат только экспериментально измеряемые величины: P_{\max} , h_{\max} и S . Заметим, что (19) полностью совпадает формулой (19) в [2].

Замечание 3. Возможна другая форма записи формулы (17):

$$E^* = \frac{\pi}{8} \frac{b \operatorname{ctg} \gamma_i}{(b+1)} \frac{S^2}{P_{\max}}. \quad (21)$$

Отсюда и из (19) следует полезное соотношение

$$\frac{HM}{E^*} = \frac{b \operatorname{ctg} \gamma_i}{2(b+1)}, \quad (22)$$

где отношение $\frac{b \operatorname{ctg} \gamma_i}{2(b+1)}$ может быть записано в виде

$$\frac{b \operatorname{ctg} \gamma_i}{2(b+1)} = \operatorname{ctg} \gamma_i \left[2 + \pi \left(\frac{h_{\max} S}{2P_{\max}} - 1 \right) \right]^{-1}.$$

Формулы на основе угла индентора ψ под нагрузкой (невосстановленная твердость)

Из рис. 3 следует, что

$$h_{\psi} = h_c + h_s - h_i^* = h_c + h_s \frac{E^*}{E_i^*} - h_e \frac{E^*}{E_i^*} = h_c + (h_s - h_e) \frac{E^*}{E_i^*}, \quad (23)$$

где

$$h_c = \frac{4}{\pi} \frac{P_{\max}}{S}, \quad h_s = h_c \left(\frac{\pi-2}{2} \right) = \left(2 \frac{\pi-2}{\pi} \right) \frac{P_{\max}}{S}, \quad h_e = h_{\max} - h_f = \frac{2P_{\max}}{S}.$$

Поэтому после преобразований из (19), (23) получаем

$$h_{\psi} = \frac{4}{\pi} \frac{E^*}{E_s^*} \frac{P_{\max}}{S}. \quad (24)$$

Таким образом, твердость определяется по формуле

$$HM = \frac{P_{\max}}{\pi a^2} = \frac{P_{\max}}{\pi h_{\psi}^2} \operatorname{ctg}^2 \psi. \quad (25)$$

Отсюда, если принять во внимание соотношение (2) при $\gamma_i = \alpha$ (где 2α – угол при вершине эквивалентного конуса, см. рис. 3) и (24), находим

$$HM = \frac{\pi E_s^{*2} S^2}{16 E_i^{*2} P_{\max}} \left(\operatorname{ctg} \alpha - \frac{2HM}{E_i^*} \right)^2. \quad (26)$$

Соотношение (26) является квадратным уравнением относительно твердости HM и его можно упростить, учитывая, что $\operatorname{ctg} \alpha = \operatorname{ctg} \gamma_i - \operatorname{ctg} \gamma_{sr} = \frac{2HM}{E^*} = \frac{2HM}{E_s^*} + \frac{2HM}{E_i^*}$. Тогда получим

$$HM = \frac{4 P_{\max} E^{*2}}{\pi S^2}, \quad (27)$$

т. е. формулу (19), где эффективный упругий модуль E^* определяется формулами (17).

ОПРЕДЕЛЕНИЕ УПРУГОЙ ЖЕСТКОСТИ ПО ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫМ ДАННЫМ ДЛЯ РАЗГРУЗОЧНОЙ ВЕТВИ ДИАГРАММЫ ИНДЕНТИРОВАНИЯ $P-h$

В основе предлагаемой далее методики для определения жесткости S лежит гипотеза об упругой разгрузке контактной пары образец–индентор после приложения к индентору силы $P = P_{\max}$, которая вызывает в образце достаточно развитые пластические деформации (напомним, что она же является основой всей методики определения твердости и упругих модулей в [1, 2]). В соответствии с этой гипотезой (*a priori*) разгрузочная ветвь (см. рис. 1) представляется следующей функциональной зависимостью:

$$P = \frac{S^2}{4P_{\max}} \left(h - h_{\max} + \frac{2P_{\max}}{S} \right)^2, \quad \frac{dP}{dh} = \frac{S^2}{2P_{\max}} \left(h - h_{\max} + \frac{2P_{\max}}{S} \right), \quad \left. \frac{dP}{dh} \right|_{h=h_{\max}} = S. \quad (28)$$

которая использует только экспериментально измеренные P_{\max} , h_{\max} и S и предположение упругой разгрузки.

Аппроксимация разгрузочной ветви стандартным методом наименьших квадратов функцией $P = B(h - h_f)^m$ (B , m – подгоночные постоянные, см. (1) в [2] и (14) в [1]) обладает тем недостатком, что экспериментальные данные разгрузочной кривой не являются равноценными: значения h , близкие к значениям h_f (т. е. при малых $h - h_f$) определяются с меньшей относительной точностью, чем при значениях h , близких к h_{\max} . В этом случае лучше использовать метод наименьших квадратов с весовыми множителями, учитывающими неравноценность указанных экспериментальных данных. Кроме того, для зависимости $P = B(h - h_f)^m$, вообще говоря, не выполняется последнее условие (28) и $m \neq 2$.

В окрестности $h = h_f$ значение h_f может быть подправлено, если учесть силы адгезии при малых значениях $h - h_f$. Это существенно не повлияет на экспериментально измеряемое значение S по верхней части диаграммы разгрузки (см. рис. 1) в виду малости сил адгезии и перемещений $h - h_f$ по сравнению с P_{\max} и h_{\max} .

На рис. 4 показана схема участка нагружения диаграммы $P-h$ для малых значений $h = \delta$ (участок ее разгрузочной ветви для малых P и $h - h_f$ является аналогичным), учитывающая адгезионное взаимодействие индентора и образца. Серой линией условно показана экспериментальная кривая, которая построена в произвольной (лабораторной) системе координат $\tilde{O}P\tilde{\delta}$. Начало \tilde{O} этой системы сдвинуто на расстояние $|\delta_s|$ параллельно оси δ относительно начала O для системы $OP\delta$, в которой обычно исследуется и представляется теоретическая кривая этого участка диаграммы уравнением $F\left(\frac{P}{P_c}, \frac{\delta}{\delta_c}, \lambda\right) = 0$. Заметим, что начало координат O располагается в точке начального (до деформации) касания тел в отсутствии адгезии, положение которого является *a priori* неизвестным. Поэтому систему координат $OP\delta$ можно назвать теоретической (естественной). Здесь P_c и δ_c являются характеристическими масштабами малых P и δ , а параметр λ определяет теорию (например, теории DMT, JKR или Maugis [21]), по которой построена функциональная зависимость $F(\bullet, \bullet, \bullet)$. В частности, в качестве таких масштабов могут быть взяты следующие величины [12–15]:

$$P_c = \frac{3}{2} \pi w R > 0, \quad \delta_c = \frac{3}{4} \left(\frac{\pi^2 w^2 R}{(E^*)^2} \right)^{1/3} > 0, \quad \lambda \approx 0,73 \frac{\delta_c}{z_0}, \quad (29)$$

где z_0 – равновесное расстояние между поверхностями; w – удельная работа адгезии контактирующей пары; R – радиус сферического индентора.

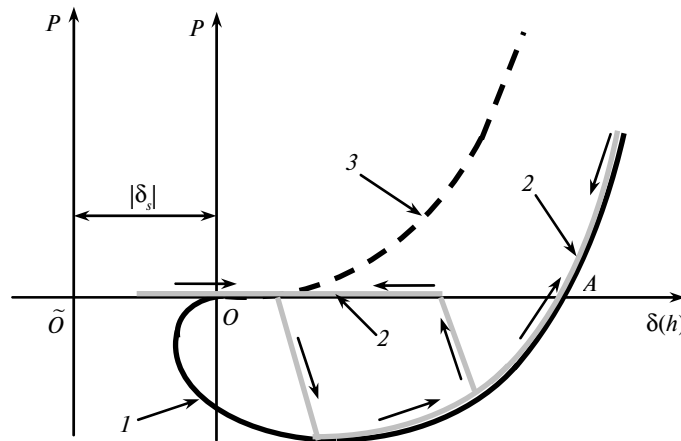


Рис. 4. Схема начального участка нагружения диаграммы $P-h$: 1 – теоретическая кривая $F\left(\frac{P}{P_c}, \frac{\delta}{\delta_c}, \lambda\right) = 0$ в системе координат $OP\delta$; 2 – условная экспериментальная кривая (серая линия; стрелки указывают направления нагружения и разгрузки); 3 – кривая, соответствующая состоянию без адгезии (контакт Герца); \tilde{O} – начало произвольной системы координат $\tilde{O}P\tilde{\delta}$, в которой выполняются экспериментальные измерения.

Для конуса с углом при вершине 2γ , соответствующие масштабные параметры имеют вид [21]

$$P_c = \frac{54w^2}{\pi E^* \operatorname{ctg}^3 \gamma_i} > 0, \quad \delta_c = \frac{w}{E^* \operatorname{ctg} \gamma_i} > 0.$$

Выбор масштабных параметров P_c и δ_c является, вообще говоря, произвольным [13]. Однако, как видно из приведенных выражений, их значения зависят от удельной работы адгезии w , эффективного упругого контактного модуля E^* и геометрии тел контактирующей пары. От этих же величин зависит и функциональная безразмерная связь $F(\bullet, \bullet, \bullet)$. Наиболее изучена зависимость $F(\bullet, \bullet, \bullet)$ для контакта сферических поверхностей тел практически во всем диапазоне реальных упругих и адгезионных свойств тел [21] (существует карта адгезионного взаимодействия упругих тел Гринвуда-Джонсона [22]). Это имеет значение при применении затупленных инденторов. Контакты тел другой геометрии менее изучены. При известной функциональной теоретической зависимости $F\left(\frac{P}{P_c}, \frac{\delta}{\delta_c}, \lambda\right) = 0$ значения масштабных параметров P_c и δ_c ,

а также сдвиг δ_s системы координат $OP\tilde{\delta}$ относительно системы координат $\tilde{O}P\tilde{\delta}$ (см. рис. 4) могут быть определены из переопределенной системы нелинейных уравнений

$$F\left(\frac{P_i}{P_c}, \frac{\delta_i - \delta_s}{\delta_c}, \lambda\right) = 0, \quad i = 1, 2, 3, \dots, N; N > 3, \quad (30)$$

где $P_i, \delta_i, i = 1, 2, 3, \dots, N$ – экспериментальные величины, измеренные в системе координат $\tilde{O}P\tilde{\delta}$. Среди измеренных значений $P_i, \delta_i, i = 1, 2, 3, \dots, N$ может не быть отрицательных значений. Знак δ_s указывает, в какую сторону сдвинута теоретическая (естественная) система координат $OP\delta$ относительно системы $\tilde{O}P\tilde{\delta}$. Если значения P_c и δ_c найдены путем решения системы (30), то удельная работа адгезии w и эффективный упругий контактный модуль E^* находятся по формулам (29):

$$w = \frac{2P_c}{3\pi R}, \quad E^* = \frac{P_c}{4} \sqrt{\frac{3}{P\delta_c^3}}.$$

Детали и примеры такого подхода содержатся в [12–15].

Аналогично могут быть получены зависимости $P(h)$ для разгрузочной ветви в случае инденторов другой геометрии (например, параболоида вращения). В этом случае начало теоретической системы координат располагается в вершине отпечатка O' (см. рис. 3).

Замечание 4. При рассмотрении разгрузочной ветви при малых P и $h - h_f$ следует учитывать, что контакт индентора происходит с отпечатком, а не с плоской поверхностью, как на начальном участке нагрузочной ветви (см. рис. 1).

Замечание 5. Определение производной (жесткости) $S = \left. \frac{dP}{dh} \right|_{h=h_{\max}}$ по экспериментальным значениям функции $P(h)$, определяющей разгрузочную ветвь (см. рис. 1), является математически некорректной задачей дифференцирования экспериментальных данных, неустойчивой по отношению к их малым возмущениям. Поэтому для определения устойчивого значения S необходима разработка специальных методов, основанных на методах регуля-

ризации [23]. Далее предложен такой метод. Заметим, что использование для определения S соотношения $h_{\max} - h_f = \frac{2P_{\max}}{S}$ может быть недостаточно точным, поскольку точка $h = h_f$ на оси $P = 0$ (см. рис. 1) является точкой касания теоретического графика функции $P(h)$ для разгрузочной кривой, если он (график) определяется без учета сил адгезии. Поэтому экспериментальное определение положения точки $h = h_f$ может оказаться недостаточно точным по сравнению с точностью h_{\max} и приводить к большим погрешностям в определении S таким способом. Кроме того, следует учитывать, что при значительных силах адгезии график функции разгрузочной ветви пересекает ось $P = 0$ в точке (см. рис. 4, точка A), расположенной правее указанной точки касания.

В соотношениях (28) предполагается, что P_{\max} , h_{\max} измерены достаточно точно и известны, неизвестной является S . Для определения этой величины из (28) имеем следующую переопределенную систему квадратных уравнений:

$$(1 - \delta_i S)^2 - \bar{P}_i = 0, \quad \delta_i = \frac{h_{\max} - h_i}{2P_{\max}} \geq 0, \quad \bar{P}_i = \frac{P_i}{P_{\max}}, \quad i = 1, 2, 3, \dots, N, \quad (31)$$

где h_i , $P_i = P(h_i)$, $i = 1, 2, 3, \dots, N$ – экспериментальные величины, являющиеся координатами точек разгрузочной ветви (см. рис. 1). При расчетах эти экспериментальные величины удобно записывать в порядке возрастания или убывания. Система (31) эквивалентна переопределенной системе линейных уравнений

$$(1 - \delta_i S) - \sqrt{\bar{P}_i} = 0, \quad \delta_i = \frac{h_{\max} - h_i}{2P_{\max}} \geq 0; \quad \bar{P}_i = \frac{P_i}{P_{\max}}, \quad i = 1, 2, 3, \dots, N, \quad (32)$$

которая имеет нормальное единственное псевдорешение (решение) [23–25]:

$$S = \frac{\sum_{i=1}^N \delta_i (1 - \sqrt{\bar{P}_i})}{\sum_{i=1}^N \delta_i^2} > 0, \quad \sum_{i=1}^N \delta_i^2 \neq 0, \quad \delta_i = \frac{h_{\max} - h_i}{2P_{\max}} \geq 0, \quad \bar{P}_i = \frac{P_i}{P_{\max}}, \quad (33)$$

т. е. является наилучшим приближенным (обобщенным) решением системы (32) – имеет наименьшую жесткость S и минимизирует невязку r для уравнений (32):

$$r^2 = \sum_{i=1}^N \left((1 - \delta_i S) - \sqrt{\bar{P}_i} \right)^2.$$

Для получения результатов, аналогичных (32), (33), может быть использована невязка

$$r^2 = \sum_{i=1}^N w_i \left((1 - \delta_i S) - \sqrt{\bar{P}_i} \right)^2,$$

где $w_i > 0$ – весовые множители, учитывающие разный относительный уровень точности экспериментальных данных и которые могут быть нормирова-

ны условием $\sum_{i=1}^N w_i = 1$. Проблема выбора весов w_i требует глубокого дополнительного исследования и обоснования. В случае использования весовых множителей формула (33) приобретает вид

$$S = \frac{\sum_{i=1}^N w_i \delta_i (1 - \sqrt{P_i})}{\sum_{i=1}^N w_i \delta_i^2} > 0.$$

Таким образом, жесткость S , определяемая по формуле (33), непрерывно зависит от экспериментальных данных для зависимости $P(h)$ и является устойчивой к их малым изменениям. Отметим, что S в методике [1, 2] определяется “continuous stiffness measurement” (CSM) методом, использующим малые динамические осцилляции, наложенные на силы (или перемещения). Использование этого метода при одностороннем контакте индентора и образца требует дополнительного обоснования, вследствие значительного различия жесткостей односторонних связей при их нагрузке и разгрузке при осцилляциях. Это же относится к участкам кривой $P(h)$ (см. рис. 1) с малыми значениями сил P и перемещений $h = \delta(P \sim P_c, \delta \sim \delta_c)$, где влияние сил адгезии может быть значительным.

Замечание 6. Учет неидеальной формы индентора, а также тангенциальных перемещений в области контакта в настоящей статье не рассматривали, однако, он может быть выполнен аналогично [26, 27].

ОСНОВНЫЕ ФОРМУЛЫ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТВЕРДОСТИ, УПРУГИХ МОДУЛЕЙ И ЖЕСТКОСТИ

В приведенных далее формулах P_{\max} , h_{\max} , S определяются по экспериментальной кривой индентирования $P-h$ (см. рис. 1).

Формулы для определения эффективного (приведенного) упругого модуля E^*

$$E^* = \frac{2P_{\max} \operatorname{ctg} \gamma_i}{\pi h_f^2 \xi^*}, \quad h_f = h_{\max} - \frac{2P_{\max}}{S}, \quad \xi^* = b(1+b), \quad b = \frac{2}{\pi} \left(\frac{h_{\max} S}{2P_{\max}} - 1 \right)^{-1}, \quad (\text{A})$$

$$E_s = \left(1 - \frac{E^*}{E_i} \right)^{-1} (1 - \nu_s^2) E^*,$$

эквивалентная формула

$$E^* = \frac{\pi b \operatorname{ctg} \gamma_i}{8(b+1)} \frac{S^2}{P_{\max}}, \quad b = \frac{2}{\pi} \left(\frac{h_{\max} S}{2P_{\max}} - 1 \right)^{-1}. \quad (\text{B})$$

Формулы для определения твердости HM

Твердость вычисляется после определения упругого модуля E^* . Приведенные далее формулы для HM эквивалентны по точности:

$$HM = \chi \frac{P_{\max} \operatorname{ctg}^2 \gamma_i}{\pi h_f^2}, \quad h_f = h_{\max} - \frac{2P_{\max}}{S}, \quad \chi = \frac{4}{\left(\sqrt{1 + 4\beta \operatorname{ctg} \gamma_i} + 1\right)^2} \leq 1, \quad \beta = \frac{2P_{\max}}{\pi h_f^2 E^*}, \quad (\text{В})$$

$$HM = \frac{4}{\pi} \frac{P_{\max} E^{*2}}{S^2}, \quad (\text{Г})$$

$$HM = \frac{b \operatorname{ctg} \gamma_i}{2(b+1)} E^*, \quad b = \frac{2}{\pi} \left(\frac{h_{\max} S}{2P_{\max}} - 1 \right)^{-1}. \quad (\text{Д})$$

Формулы для определения упругой жесткости S (N/m)

$$S = \frac{\sum_{i=1}^N \delta_i (1 - \sqrt{\bar{P}_i})}{\sum_{i=1}^N \delta_i^2} > 0; \quad \delta_i = \frac{h_{\max} - h_i}{2P_{\max}} \geq 0, \quad \bar{P}_i = \frac{P_i}{P_{\max}}; \quad i = 1, 2, 3, \dots, N, \quad (\text{Е})$$

где $h_i, P_i = P(h_i), i = 1, 2, 3, \dots, N$ – экспериментальные величины, являющиеся координатами точек разгрузочной ветви диаграммы $P-h$ (см. рис. 1).

ПРИМЕРЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТВЕРДОСТИ И УПРУГОГО МОДУЛЯ ПОСРЕДСТВОМ ИНСТРУМЕНТАЛЬНОГО ИНДЕНТИРОВАНИЯ. АНАЛИЗ И СРАВНЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Для проверки полученных соотношений были проведены испытания образцов плавленого кварца и монокристалла (111) W чистотой 99,99 % (материал с высоким модулем сдвига). При подготовке образца вольфрама к испытаниям (порезка, шлифовка и полировка) были приняты специальные меры для предотвращения образования упрочненного поверхностно слоя с высокой плотностью дислокаций. Образец диаметром около 7 мм и толщиной 3 мм был получен при электроискровой порезке крупного монокристалла вольфрама. После порезки образец был подвергнут глубокому электролитическому травлению в 2 %-ном растворе NaOH в дистиллированной воде. Для плавленого кварца применяли механохимическую полировку.

Испытания проводили на нанотвердомере Nano Indenter G200 алмазным ($E_i = 1141$ ГПа, $\nu_i = 0,07$) индентором Берковича с радиусом затупления в вершине ~ 340 нм, близким по форме к сфере. Поэтому их выполняли при больших нагрузках ($P_{\max} = 97$ и 193 мН) и $h \gg 100$ нм, чтобы размер отпечатка был намного больше размера затупления в вершине индентора и его влиянием на результаты испытаний можно было пренебречь, используя формулы для конического индентора.

Экспериментальные диаграммы внедрения индентора для плавленого кварца и вольфрама, полученные при нагрузке $P_{\max} = 97$ мН, показаны на рис. 5. Здесь же даны полные теоретические разгрузочные ветви диаграмм, построенные по формуле (28). Вольфрам имеет низкое упругое восстановление глубины отпечатка при разгрузке индентора ($HM/E = 0,01$). На начальном участке кривой внедрения виден резкий скачок перемещения индентора, вызванный зарождением дислокаций в контакте и свидетельствующий о том, что в поверхностном слое образца плотность дислокаций низкая и отсутству-

ет упрочненный поверхностный слой. Для плавленого кварца, наоборот, проявляется высокое упругое восстановление ($HM/E = 0,12$).

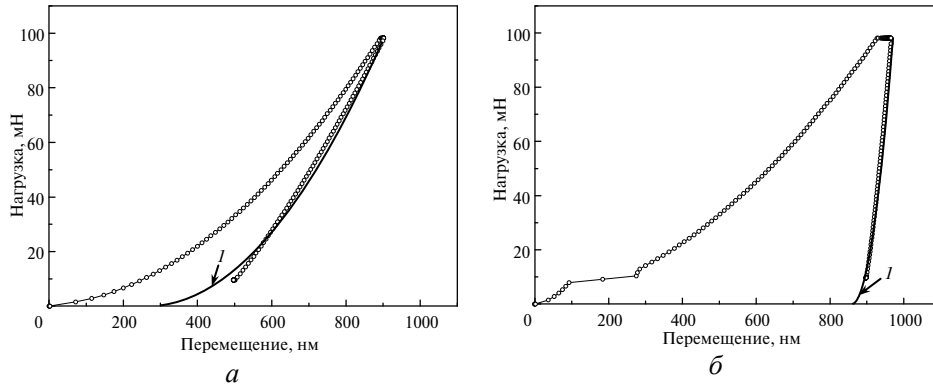


Рис. 5. Диаграмма внедрения индентора Берковича для плавленого кварца: $P_{\max} = 97$ мН, $h_{\max} = 898$ нм, $S = 0,3065 \cdot 10^6$ Н/м (а) и монокристалла (111) вольфрама: $P_{\max} = 97$ мН, $h_{\max} = 970$ нм, $S = 1,742 \cdot 10^6$ Н/м (б); l – разгрузочная ветвь диаграмм, уравнение (28).

В табл. 1 дан пример нахождения жесткости контакта для образца плавленого кварца при нагрузке $P_{\max} = 193$ мН по уравнениям (33) или (Е) данной статьи:

$$S = \frac{\sum_{i=1}^N \delta_i (1 - \sqrt{\bar{P}_i})}{\sum_{i=1}^N \delta_i^2} > 0, \quad \delta_i = \frac{h_{\max} - h_i}{2P_{\max}} \geq 0, \quad \bar{P}_i = \frac{P_i}{P_{\max}}, \quad i = 1, 2, 3, \dots, N.$$

Значения P_i , h_i , $i = 1, 2, 3, \dots, N$ в табл. 1 являются экспериментальными данными наноиндентирования. Отсюда получаем, что в плавленом кварце при нагрузке $P_{\max} = 193$ мН жесткость контакта $S = \frac{1,436}{3,598} \cdot 10^6 = 0,399 \cdot 10^6$ Н/м.

Таблица 1. Пример определения жесткости контакта S в плавленом кварце при нагрузке P_{\max}

i	P_i , Н	$h_i \cdot 10^{-6}$, м	\bar{P}_i	$\delta_i \cdot 10^{-6}$, м/Н	$\sqrt{\bar{P}_i}$	$\delta_i^2 \cdot 10^{-12}$, (м/Н) ²	$\delta_i (1 - \sqrt{\bar{P}_i}) \cdot 10^{-6}$, м/Н
1	0,0185	0,711	0,096	1,563	0,310	2,443	1,078
2	0,1	1,010	0,518	0,789	0,720	0,622	0,221
3	0,125	1,090	0,647	0,582	0,804	0,339	0,078
4	0,150	1,160	0,776	0,401	0,881	0,161	0,048
5	0,171	1,230	0,885	0,181	0,941	0,033	0,011
6	0,1932	1,3	1,0	0	1,0	0	0
						$\Sigma = 3,598$	$\Sigma = 1,436$

Затем, зная жесткость S , по формулам (А)–(Д) находили твердость и модули упругости образцов. Результаты обработки данных инструментального

идентирования для монокристалла вольфрама по предложенному в статье методу приведены в табл. 2. Результаты достаточно устойчивы к изменению жесткости контакта S . Там же даны результаты применения метода Оливера и Фара. Из табл. 2 следует, что глубина отпечатка после полной разгрузки находится в хорошем согласии с нашим методом. Значения жесткости контакта S при максимальной нагрузке существенно выше по сравнению с результатами применения метода, приведенного в [1]. Значения твердости для плавленного кварца такие же, как и в [1, 2], для вольфрама – несколько выше. Расхождение между методами уменьшается при увеличении глубины отпечатка. Вероятно, это вызвано тем, что в методе [1, 2] учитывается влияние затупления в вершине индентора Берковича, а в предложенном в данной статье – нет. Известно, что модуль упругости вольфрама равен 409 ГПа, плавленного кварца – 72 ГПа, а модуль упругости для плавленного кварца с применением предложенного метода заметно выше, чем 72 ГПа. Возможно, это следствие того, что при внедрении индентора в плавленный кварц происходит уплотнение (около 20 %) материала в зоне контакте [28, 29]. Полученные результаты достаточно устойчивы к изменению жесткости. Заметим, что в предложенном методе определения твердости и модулей упругости нет эмпирических коэффициентов, которые широко применяются в методе Оливера и Фара [1, 2].

Таблица 2. Результаты наноиндентирования плавленного кварца FS ($\nu_s = 0,17$) и плоскости (111) монокристалла вольфрама W ($\nu_s = 0,28$)

Образец	Эксперимент			Расчет						
	P_{\max} , мН	h_{\max} , нм	h_f , нм	h_f , нм	S , Н/м		E_s , ГПа		HM , ГПа	
				(А)	[1]	(Е)	[1]	(А)	[1]	(В)
W	97	970	889	859	1599054	1742000	370	461	4,15	4,73
	193	1410	1295	1246	2189776	2350000	348	417	4,02	4,49
FS	97	898	433	266	257247	306500	71,8	86	9,06	8,85
	193	1289	627	321	362563	399000	71,3	79	8,97	8,98

Примечание. Жесткость контакта S , модуль упругости E_s и твердость HM по методу Оливера и Фара определяли с применением программного обеспечения прибора Nano Indent G200.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Выполнен критический анализ базисных модельных соотношений метода Оливера-Фара [1, 2] для определения твердости и упругих модулей материалов посредством инструментального индентирования. Указаны слабо обоснованные и ошибочные положения этого метода, причиной которых является неправильная трактовка авторами результатов классической механики одностороннего контакта упругих тел (например, Герца [16], Снедона [11]). В частности, выполнена неправильная идентификация глубины контакта h_c , лежащая в основе определения площади контакта $A = F(h_c)$ при вычислении твердости (см. формулы (3)–(6), (23) в [2]). Применение в [2] метода CSM к измерению упругой жесткости $S = \left. \frac{dP}{dh} \right|_{h=h_{\max}}$ (см. рис. 1) не является достаточно обоснованным. Для устойчивости измерений этот метод использует малые динамические осцилляции, наложенные на силы (или перемещения). Его применение к одностороннему контакту индентора и образца требует дополнительного обоснования, вследствие значительного различия жесткостей односторонних связей при их нагрузке и разгрузке при осцилляциях

(точка $B(h_{\max}, P_{\max})$, см. рис. 1). Это же относится к участкам кривой $P(h)$ (см. рис. 1) с малыми значениями сил P и перемещений $h = \delta$ ($P \sim P_c$, $\delta \sim \delta_c$), где влияние сил адгезии может быть значительным.

В настоящей статье даны уточненные значения h_c и теоретически обоснованные формулы для вычисления твердости HM и эффективных упругих модулей E^* , которые используют те же экспериментальные значения диаграммы $P-h$, что и в [1, 2]: P_{\max} , h_{\max} и $S = \left. \frac{dP}{dh} \right|_{h=h_{\max}}$. Эти уточнения сделаны без привлечения дополнительных (к гипотезам [1, 2]) предположений и экспериментальных измерений. Выполнен анализ этого уточнения. В дополнение к этому уточнению предложена новая методика устойчивого определения упругой жесткости S начального участка разгрузочной ветви диаграммы $P-h$, в которой используется та часть ветви, которая измеряется более точно. Полученные новые формулы для определения твердости HM , эффективных упругих модулей E^* и упругой жесткости S могут быть применены для разработки более точного и обоснованного метода измерения твердости и упругих модулей посредством инструментального индентирования.

Авторы выражают благодарность В. А. Белоусу и Г. Н. Толмачевой (Национальный научный центр “Харьковский физико-технический институт”) за проведение испытаний образцов плавленого кварца и монокристалла вольфрама на нанотвердомере Nano Indenter G200 и Ф. М. Бородичу (Кардиффский университет, Великобритания) за обсуждение результатов работы.

Виконано критичний аналіз методу Олівера та Фара для визначення твердості та модулів пружності матеріалів приладами інструментального індентування з неперервним записом діаграми $P-h$ (P – сила, діюча на індентор, h – зближення індентора та зразка). У базисних теоретичних співвідношеннях цього методу виявлено похибки та їх недостатня обґрунтованість. Зокрема, це стосується помилкового визначення “глибини пружного контакту h_c ”, яка є основою цих співвідношень. Запропоновано нові уточнені базисні співвідношення та формули для визначення твердості й модулів пружності, де усунуті вказані недоліки і які засновано лише на припущенні пружного розвантаження індентора відповідно з класичними теоріями пружного контакту. Виходячи з даних діаграми $P-h$, що виміряні у довільній лабораторній системі координат, додатково запропоновано уточнений метод стійкого визначення контактної жорсткості на початку розвантаження й визначення положення діаграми $P-h$ до загально прийнятої теоретичної системи координат, у якій записані її основні класичні модельні співвідношення. Ці уточнення зроблено без додаткових до гіпотез методу Олівера та Фара припущень та експериментальних вимірів.

Ключові слова: індентування, твердість, модулі пружності, контактна жорсткість, пружно-пластичні деформації.

A critical analysis was made of the Oliver and Pharr method to determine the materials hardness and elastic modulus by instrumented indentations with the continuous record of the $P-h$ diagrams (P is the force acting on the indenter, h is the approach of the indenter and a sample). Mistakes and insufficient validity of the basic theoretical correlations of this method were revealed. In particular, this refers to an incorrect definition of the depth of the elastic contact h_c , which is the base of these correlations. New refined basic relations and formulas for the determination of hardness and elastic modulus were given, in which the above defects are eliminated and which are based only on the assumption of the indenter elastic unloading according to the classic theories of the elastic contact. In addition to the foregoing, using the data of the $P-h$ diagram that are measured in the arbitrary laboratory coordinate system, an improved method of the stable determination of the contact stiffness $S = dP/dh$ at the onset of unloading and the determination of $P-h$ diagram position in the conventional theoretic coordinate system (in which its basic classic model relations are recorded) have been proposed.

These refinements were made without additional assumptions and experimental measurements to hypotheses of the Oliver and Pharr method.

Keywords: *indentation, hardness, elastic modulus, contact stiffness, elastoplastic deformations.*

1. 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. – 7. – P. 1564 – 1583.
2. 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.
3. Bulychev S. I., Alekhin V. P., Shorshorov M. K. *et al.* Determination of Young's modulus according to indentation diagram // *Ind. Lab.* – 1975. – 41. – P. 1409–1412.
4. Shorshorov M. K., Bulychev S. I., Alekhin V. P. Work of plastic and elastic deformation during indenter indentation // *Soviet Physics Doklady.* – 1981. – 26. – P. 769–771.
5. Lo R. Y., Bogy D. B. Compensating for elastic deformation of the indenter in hardness tests of very hard materials // *J. Mater. Res.* – 1999. – 14. – P. 2276–2282.
6. Hay J. C., Bolshakov A., Pharr G. M. A critical examination of the fundamental relations used in the analysis of nanoindentation data // *Ibid.* – 1999. – 14. – P. 2296 – 2305.
7. Veprek S., Mukherjee S., Mannling H.-D., He J. On the reliability of the measurements of mechanical properties of superhard coatings // *Mater. Sci. Eng. A.* – 2004. – 340. – P. 292 – 297.
8. Cao Y. P., Dao M., Lu J. A precise correcting method for the study of the superhard material using nanoindentation tests. // *J. Mater. Res.* – 2007. – 22. – P. 1255 – 1264.
9. Veprek-Heijman M. G. J., Veprek R. G., Argon A. S. *et al.* Non-linear finite element constitutive modeling of indentation into super- and ultrahard materials: The plastic deformation of the diamond tip and the ratio of hardness to tensile yield strength of super- and ultrahard nanocomposites // *Surf. Coat. Technol.* – 2009. – 203. – P. 3385–3391.
10. Hay J., Agee P., Herbert E. Continuous stiffness measurement during instrumented indentation testing // *Exp. Tech.* – 2010. – N 3. – P. 86–94.
11. Sneddon I. N. Boussinesq's problem for a rigid cone // *Proc. Cambridge Philos. Soc.* – 1948. – 44. – P. 492–507.
12. Borodich F. M., Galanov B. A. Non-direct estimations of adhesive and elastic properties of materials by depth-sensing indentation // *Proc. R. Soc. Ser. A.* – 2008. – 464. – P. 2759–2776.
13. Borodich F. M., Galanov B. A., Suarez-Alvarez M. M. The JKR-type adhesive contact problems for power-law shaped axisymmetric punches // *J. Mech. Phys. Solids.* – 2014. – 68. – P. 14–32.
14. Borodich F. M., Galanov B. A., Gorb S. N. *et al.* Evolution of adhesive and elastic properties of polymers by the BG method // *Macromol. React. Eng.* – 2013. – 7. – P. 555–563.
15. Borodich F. M., Galanov B. A., Gorb S. N. *et al.* An inverse problem for adhesive contact and non-direct evaluation of material properties for nanomechanics applications // *NanoMMA.* – 2012. – 1. – P. 80–92.
16. Галин Л. А. Контактные задачи теории упругости и вязкоупругости. – М.: Наука, 1980.
17. Галанов Б. А., Мильман Ю. В., Чугунова С. И., Гончарова И. В. Исследование механических свойств высокотвердых материалов методом индентирования // *Сверхтв. материалы.* – 1999. – № . – С. 23–35.
18. Галанов Б. А. Постановка и решение некоторых уточненных задач упругого контакта двух тел // *Изв. АН СССР. Механика твердого тела.* – 1983. – № 6. – С. 56–63.
19. Галанов Б. А., Кривонос Ю. М. Об учете в задаче Герца тангенциальных смещений на поверхности контакта // *Вычисл. и прикл. мат.* – 1984. – Вып. 53. – С. 87–94.
20. Галанов Б. А., Кривонос Ю. М. Нелинейный учет в задаче Герца тангенциальных смещений на поверхности контакта // *Прикладные проблемы прочности и пластичности: Всесоюз. межвуз. сб.* – Горький: Горьк. ун.-т, 1984. – С. 98–104.
21. Maugis D. *Contact. Adhesion and Rupture of Elastic Solids.* – Berlin: Springer Verlag, 2000.
22. Capella B., Dietler G. Force-distance curves by atomic force microscopy // *Surf. Sci. Rep.* – 1999. – 34. – P. 1 – 104.
23. Тихонов А. Н., Арсенин В. Я. Методы решения некорректных задач. – М.: Наука, 1979.
24. Гантмахер Ф. Р. Теория матриц. – М.: Наука, 1967.

25. Воеводин В. В. Линейная алгебра. – М.: Наука, 1974.
26. Kindrachuk V. M., Galanov B. A., Kartuzov V. V., Dub S. N. Refined model of elastic nanoindentation of half-space by the blunted Berkovich indenter accounting for tangential displacements on the contact surface // J. Mater. Sci. – 2009. – **44**. – P. 2599–2609.
27. Kindrachuk V. M., Galanov B. A., Kartuzov V. V., Dub S. N. On elastic nanoindentation of coated half-spaces by point indenters of non-ideal shapes // Nanotechnology. – 2006. – **17**. – P. 1104–1111.
28. Arora A., Marshall D. B., Lawn B. R., Swain M. V. Indentation deformation/fracture of normal and anomalous glasses // J. Non-Cryst. Solids. – 1979. – **31**. – P. 415–428.
29. Kermouche G., Barthel E., Vandembroucq D., Dubujet Ph. Mechanical modelling of indentation-induced densification in amorphous silica // Acta Mater. – 2008. – **56**. – P. 3222–3228.

Поступила 20.10.16