



Київський академічний університет

*Курс:*

**Фізичні методи дослідження матеріалів**

*Тема:*

**Метод кінетичного індентування**

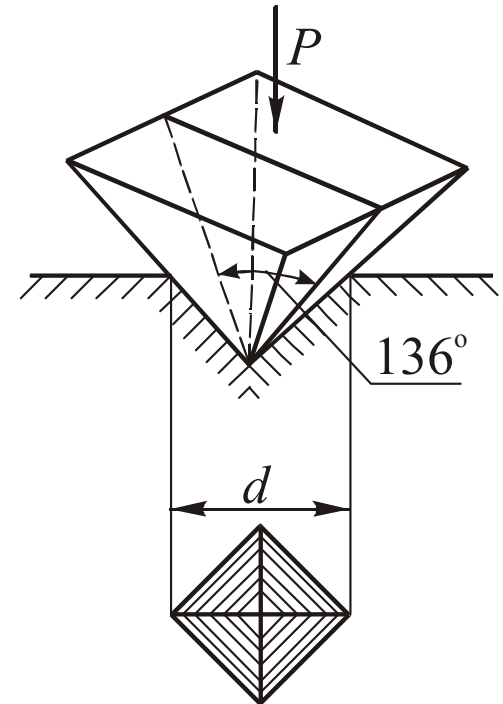
*Лектор:* **О. В. Філатов**

# Твердість

Твердість – властивість поверхневого шару матеріалу опиратися пружній та пластичній деформації при місцевих контактних впливах з боку більш твердого тіла (індентора) певної форми та розміру, яке не зазнає залишкової деформації.

Твердість за Віккерсом  $HV = 0,189 \frac{P}{d^2}$  [МПа],

якщо  $P$  в Н,  $d$  в мм.



# Мікро- та наноіндентування

*Макрорівень:  $2H < P < 30\,000\text{ Н}$ ; макротвердість,*

*Мікрорівень:  $P < 2H$ ;  $h > 200\text{ нм}$ ; мікротвердість,*

*Нанорівень:  $h < 200\text{ нм}$ , нанотвердість,*

*де  $P$  - навантаження,  $h$  - глибина індентування.*

# Форма інденторів

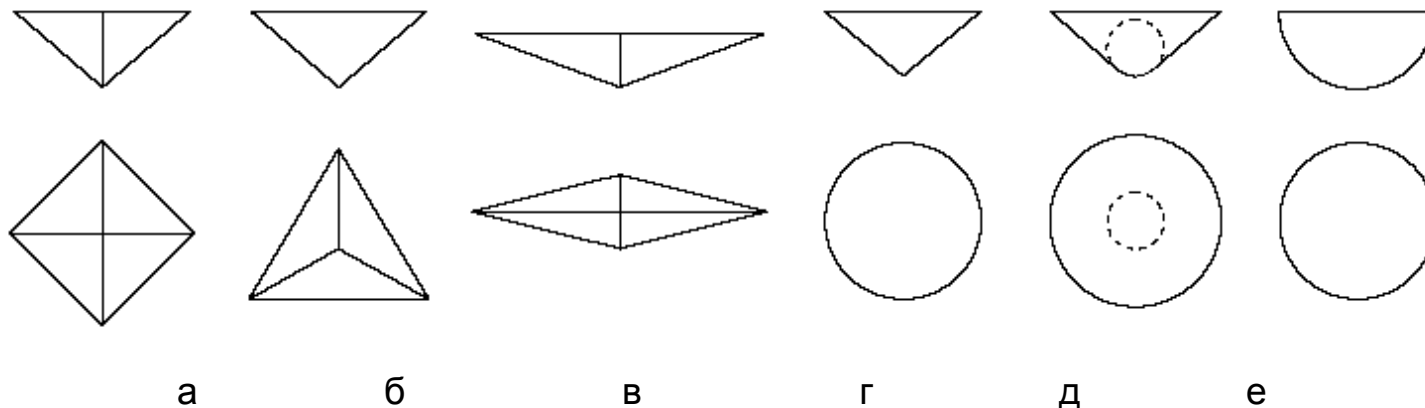


Рисунок 1 – Види інденторів для мікро- та наноіндентування та відповідна форма відбитка: а) піраміда Віккерса (Vickers), б) піраміда Берковича (Vickers), в) піраміда Кнупа (Кноор), г) конусний, д) Роквела (Rockwell), е) сферичний.

# Conversion of hardness values

Предел прочности	Виккерс	Бринель	Роквелл	Шор	Предел прочности	Виккерс	Бринель	Роквелл	Шор
Н/мм <sup>2</sup>	HV	HB	HRC <sub>s</sub>	C	Н/мм <sup>2</sup>	HV	HB	HRC <sub>s</sub>	C
255	80	76			1125	350	333	35,5	50
270	85	80,7			1155	360	342	36,6	50
285	90	85,5			1190	370	352	37,7	51
305	95	90,2			1220	380	361	38,8	52
320	100	95			1255	390	371	39,8	53
335	105	99,8			1290	400	380	40,8	54
350	110	105			1320	410	390	41,8	56
370	115	109			1350	420	399	42,7	57
385	120	114		15	1385	430	409	43,6	58
400	125	119		18	1420	440	418	44,5	58
415	130	124		19	1455	450	428	45,3	59
430	135	128		20	1485	460	437	46,1	60
450	140	133		21	1520	470	447	46,9	61
465	145	138		21	1555	480	456	47,7	62
480	150	143		22	1595	490	466	48,4	63
495	155	147		22	1630	500	475	49,1	64
510	160	152		23	1665	510	485	49,8	65
530	165	156		24	1700	520	494	50,5	65
545	170	162		25	1740	530	504	51,1	66
560	175	166		25	1775	540	513	51,7	67
575	180	171		26	1810	550	523	52,3	68
595	185	176		27	1845	560	532	53,0	69
610	190	181		28	1880	570	542	53,6	70
625	190	185		28	1920	580	551	54,1	70
640	200	190		29	1955	590	561	54,7	71
660	205	195		30	1995	600	570	55,2	72
675	210	199		31	2030	610	580	55,7	73
690	215	204		32	2070	620	589	56,3	75
705	220	209		32	2105	630	599	56,8	76
720	225	214		33	2145	640	608	57,3	77
740	230	219		33	2180	650	618	57,8	78
755	235	223		33	2310	660		58,3	78
770	240	228	20,3	34	2350	670		58,8	79
785	245	233	21,3	35	2380	680		59,2	80
800	250	238	22,2	36	2410	690		59,7	80
820	255	242	23,1	36	2450	700		60,1	81
835	260	247	24,0	37	2520	720		61,0	83
850	265	252	24,8	37	2590	740		61,8	84
865	270	257	25,6	38	2660	760		62,5	86
880	275	261	26,4	39	2730	780		63,3	87
900	280	266	27,1	39	2800	800		64,0	88
915	285	271	27,8	40	2870	820		64,7	90
930	290	276	28,5	41	2940	840		65,3	91
950	295	280	29,2	42	3010	860		65,9	92
965	300	285	29,8	43	3080	880		66,4	93
995	310	295	31,0	44	3150	900		67,0	95
1030	320	304	32,2	46	3220	920		67,5	96
1060	330	314	33,3	47	3290	940		68,0	97
1095	340	323	34,4	48					

DIN 50150  
национальные  
стандарты  
Германии

# Зв'язок між твердістю та межею текучості

Для більшості металів і сплавів:

$$H=A \cdot \sigma_m, \text{ де } A \sim 3,$$

$\sigma_m$  - межа текучості при одновісному розтягуванні/стисканні макрозразків

Межа міцності і твердість за Бринеллем пов'язані:

$$\sigma_B = C \cdot HB \text{ [МПа]},$$

где  $C$  – коефіцієнт пропорційності:

Для сталей	$C = 3,3 \dots 3,6$
Для алюмінію	$C = 4$
Для міді	$C = 4,8$
Для дуралюміна	$C = 3,7$
Для латуні, бронзи	$C = 5,3$

# Кінетичне індентування

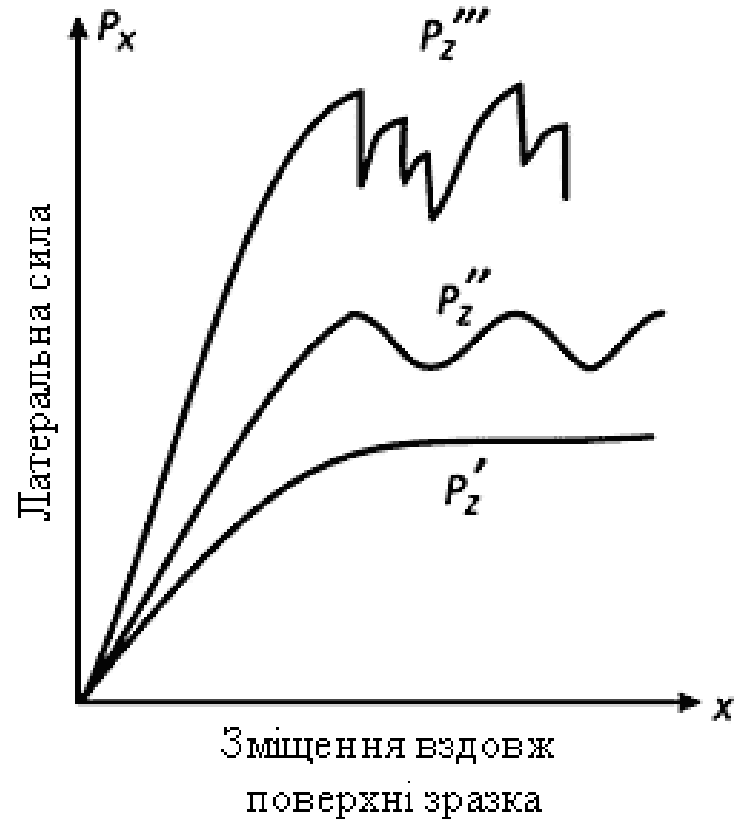
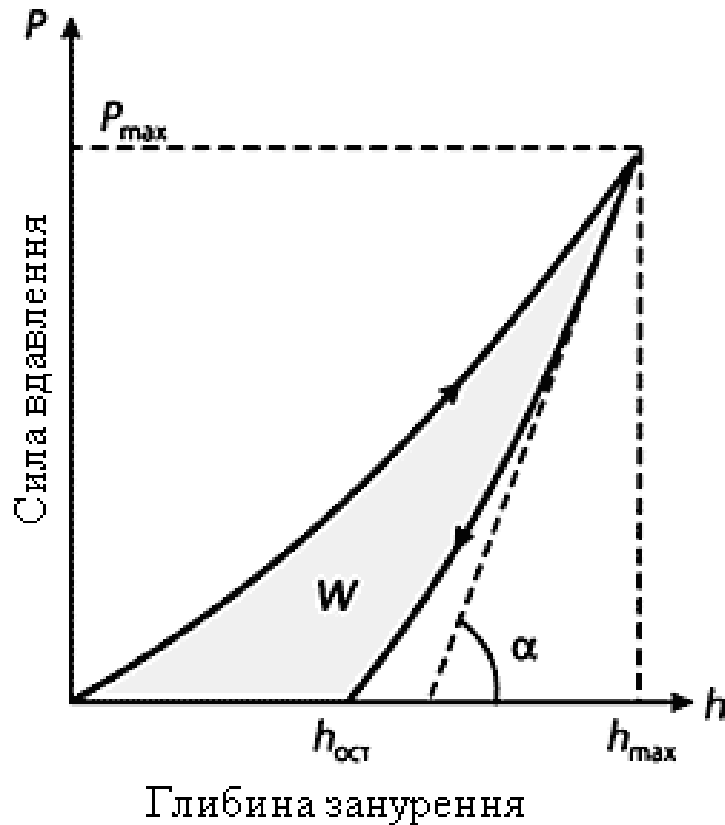
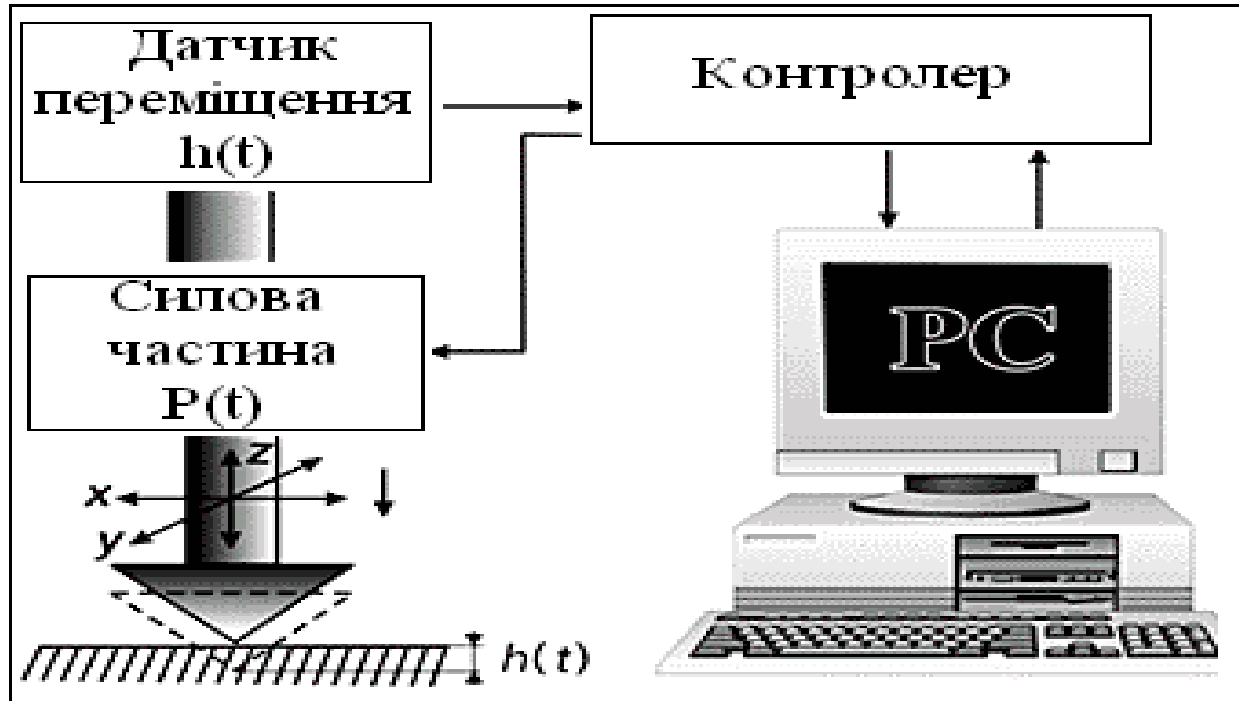


Рисунок 1.2 – Типові діаграми «сила-переміщення» ( $P$ - $h$  діаграми) при мікроіндентуванні (ліворуч) та мікроскрабуванні (праворуч) [19]:

$h_{\max}$  - максимальна глибина занурення індентора,  $h_{\text{ост}}$  - глибина відбитку, що залишився після зняття навантаження,  $W$  - поглинена енергія.  $P_z'$ ,  $P_z''$ ,  $P_z'''$ , - низькі, помірні і високі значення сили притискування індентора до поверхні, відповідно.

# Схема приладу



Принципова схема установки



# Відбиток

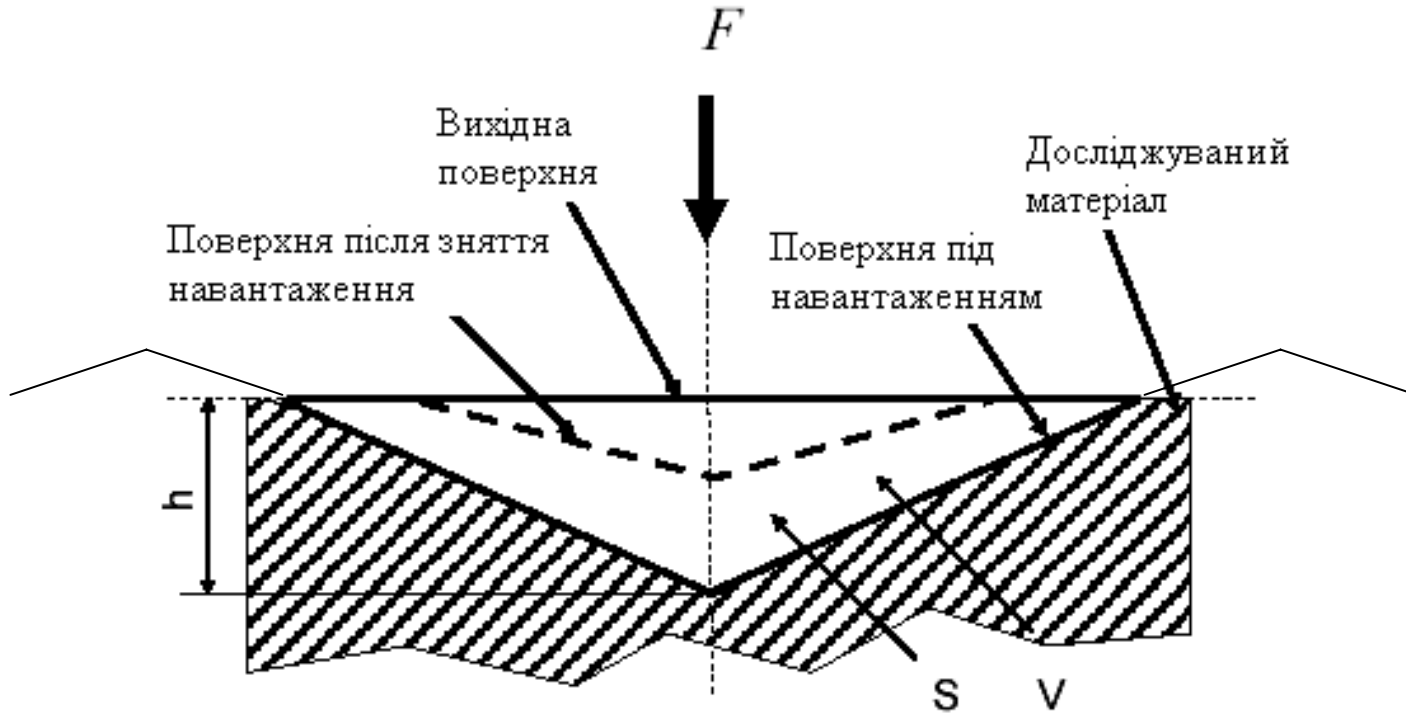
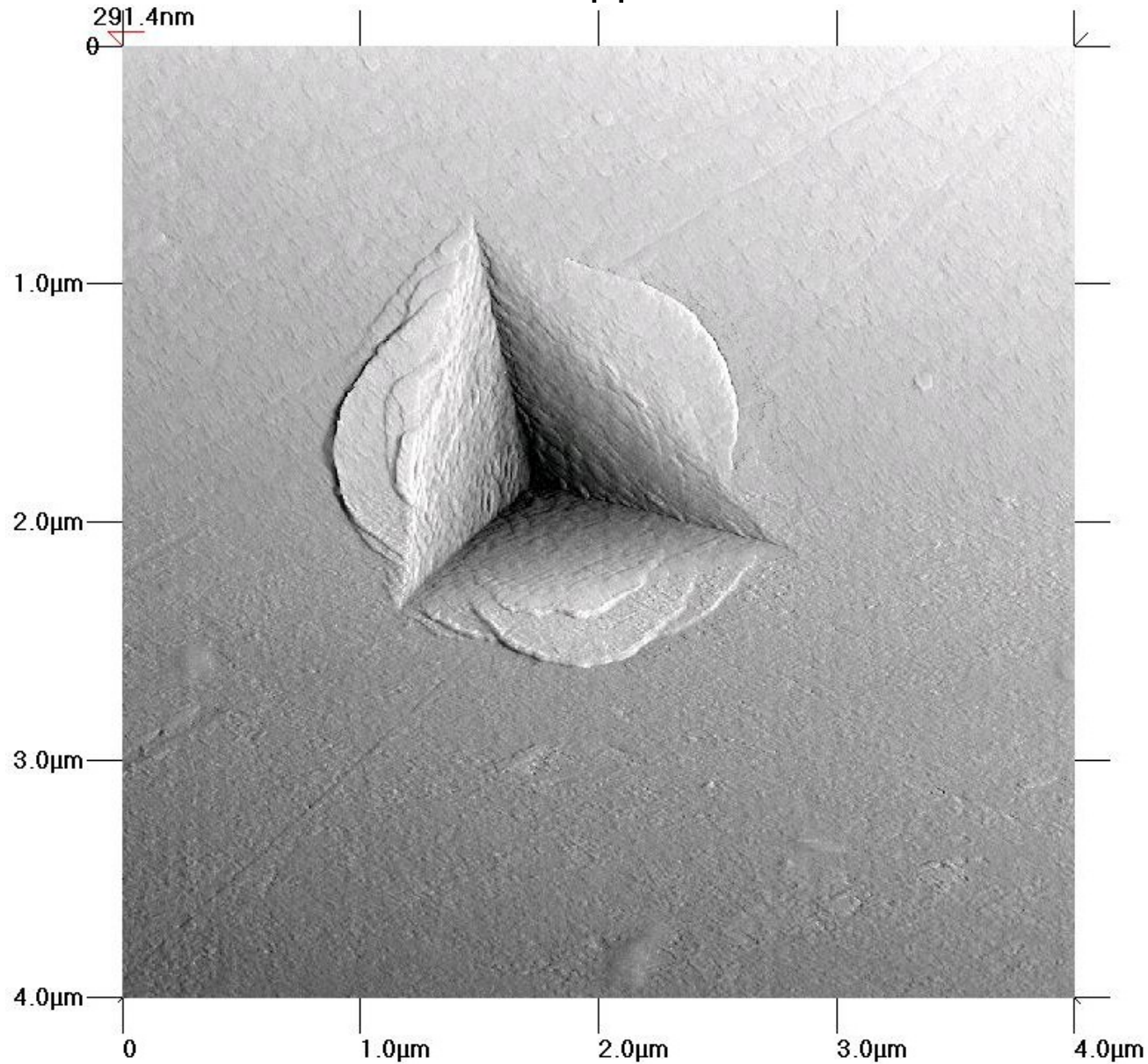


Рисунок 1.3 – Схема вимірювання універсальної та дійсної нанотвердості:  $F$  - сила опору заглибленню індентора, Н;  $h$  - глибина заглиблення індентора, мм;  $V$  - об'єм заглибленої частини індентора,  $\text{нм}^3$ ,  $S_{\text{бок}}$  - площа поверхні заглибленої частини індентора,  $\text{нм}^2$

# Відбиток



An AFM image of the residual indent left by a Berkovitch tip during a nanoindentation experiment on a Zr-Cu-Al metallic glass. Image by Jonathan Puthoff, University of Wisconsin - Madison.

# Розрахунок мікротвердості

Універсальну твердість матеріалу можна розрахувати за формулою (1.1) згідно [6]

$$HB_{ун} = \frac{F}{S_{бок}} = \frac{F}{26,4342 \cdot h^2}, \text{ мН/нм}^2$$

де  $F$  - сила опору заглибленню піраміди, мН;  $S_{бок}$  - площа бічної поверхні заглибленої частини індентора Берковича, нм<sup>2</sup>;  $h$  - глибина заглиблення піраміди, нм.

Істинну твердість згідно [14] розраховують за формулою (1.2):

$$HB_{ист} = \frac{F}{V} = \frac{F}{10,31 \cdot h^3}, \text{ мН/нм}^3$$

де  $F$  - сила опору заглибленню піраміди Берковича, мН;  $h$  - глибина заглиблення піраміди, нм;  $V$  - об'єм зануреної частини індентора, нм<sup>3</sup>.

Твердість:

Величина середнього контактного тиску, що виникає в матеріалі при навантаженні

Твердість «по роботі» визначається як середня робота, витрачена на витіснення об'єму матеріалу індентором.

# Вплив глибини на нанотвердість

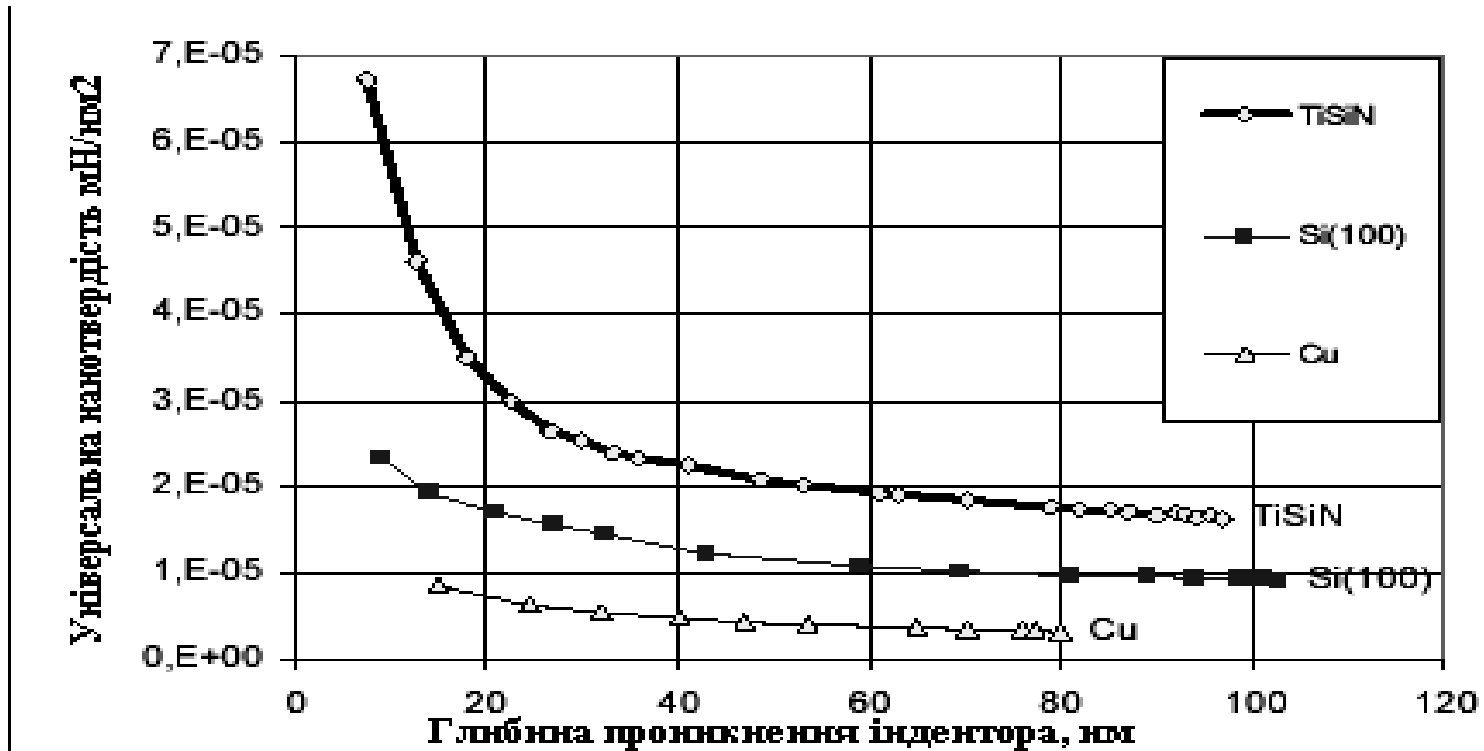
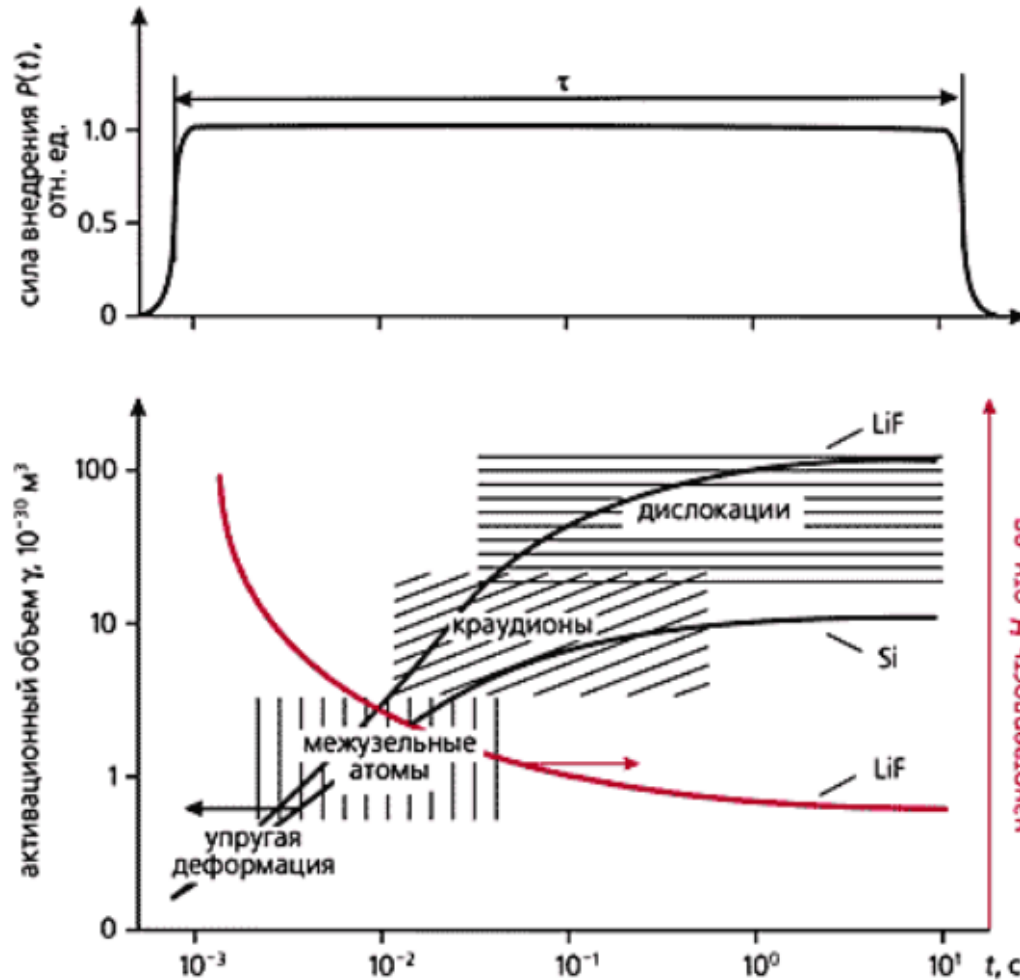


Рисунок 1.4 – Залежність універсальної нанотвердості різних матеріалів від глибини проникнення індентора.

# Можливі причини впливу глибини на нанотвердість

- 1 - вплив зовнішніх вібрацій;
- 2 - наклеп поверхні при поліровці;
- 3 - збільшення відносної похибки вимірювання розмірів відбитку;
- 4 - велика відносна частка пружного відновлення для маленького відбитку;
- 5 - індентування «бездислокаційних об'ємів» з твердістю, що наближається до теоретичної межі, коли розмір відбитка приблизно рівний міждислокаційним відстаням;
- 6 - наклеп під час індентування;
- 7 - вплив меж зерен і включень;
- 8 - вплив недосконалості індентора;
- 9 - зміна відношення поверхні контакту до індентованого об'єму;
- 10 - наявність «крайового» ефекту - додаткової викривляючої деформації по краю відбитка

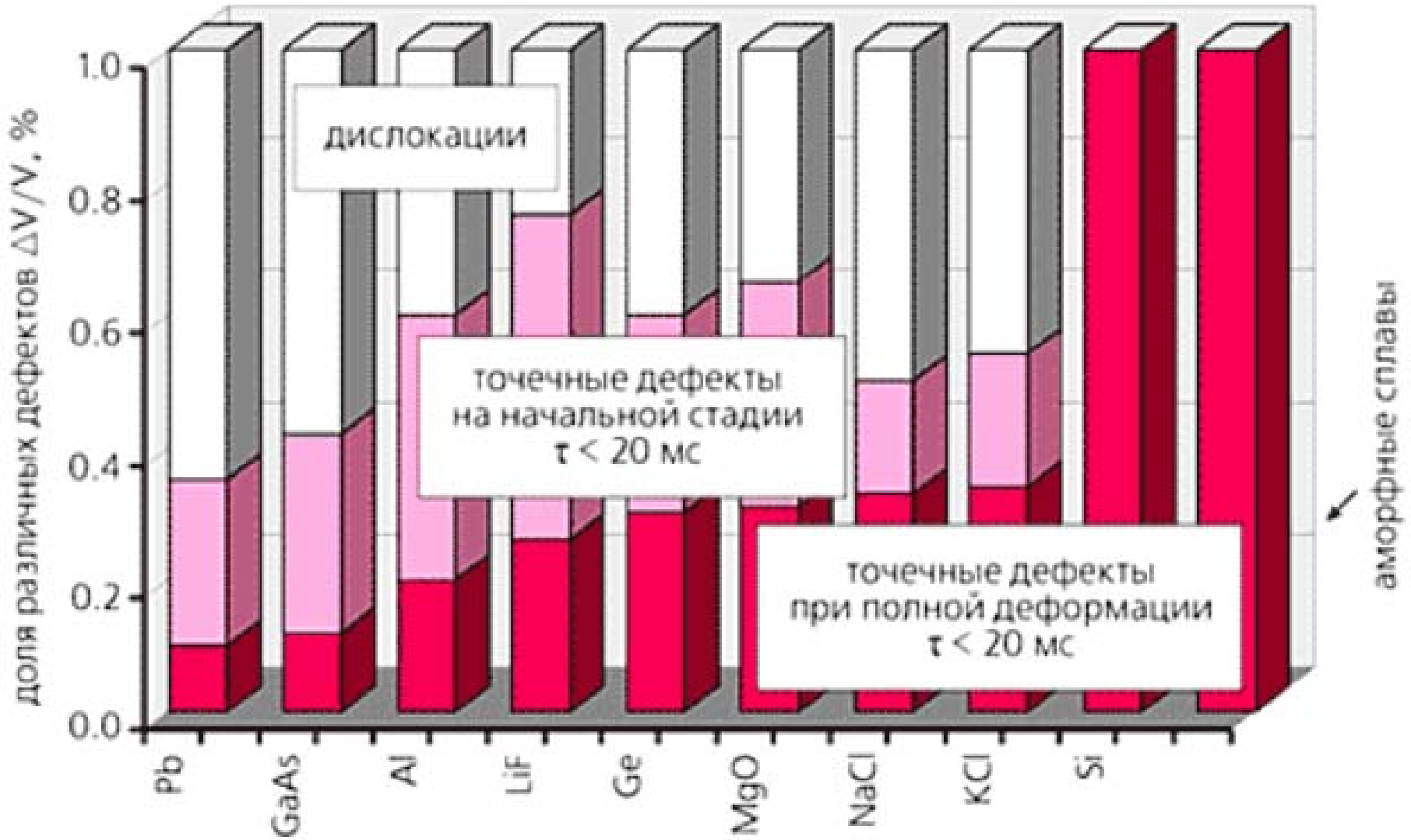
# Роль дефектів в динамічному індентуванні



Зміна механізмів масоперенесення в **Si** і **LiF** при динамічному індентуванні

[[http://vivovoco.ibmh.msk.su/VV/JOURNAL/NATURE/04\\_03/CONTACT.htm](http://vivovoco.ibmh.msk.su/VV/JOURNAL/NATURE/04_03/CONTACT.htm)]

# Можливі причини

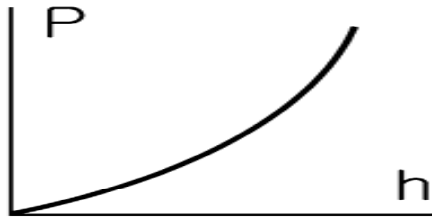


Роль точкових дефектів в масоперенесенні при динамічному індентуванні

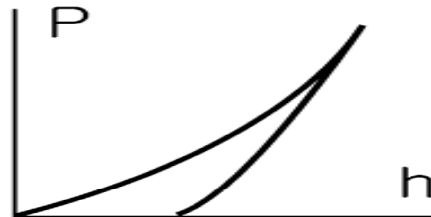
[\[\[http://vivovoco.ibmh.msk.su/VV/JOURNAL/NATURE/04\\_03/CONTACT.htm\]\]](http://vivovoco.ibmh.msk.su/VV/JOURNAL/NATURE/04_03/CONTACT.htm)

# Види діаграм

(a) Elastic solid



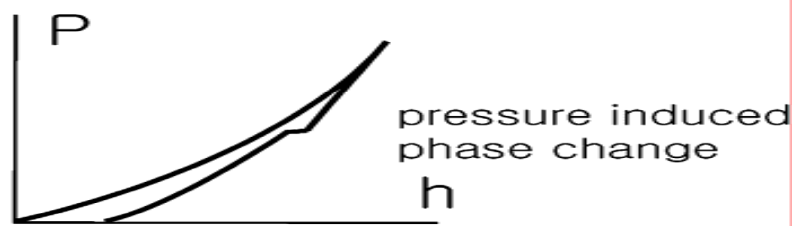
(b) Fused silica



(c) Steel



(d) Crystalline silicon



(e) Sapphire



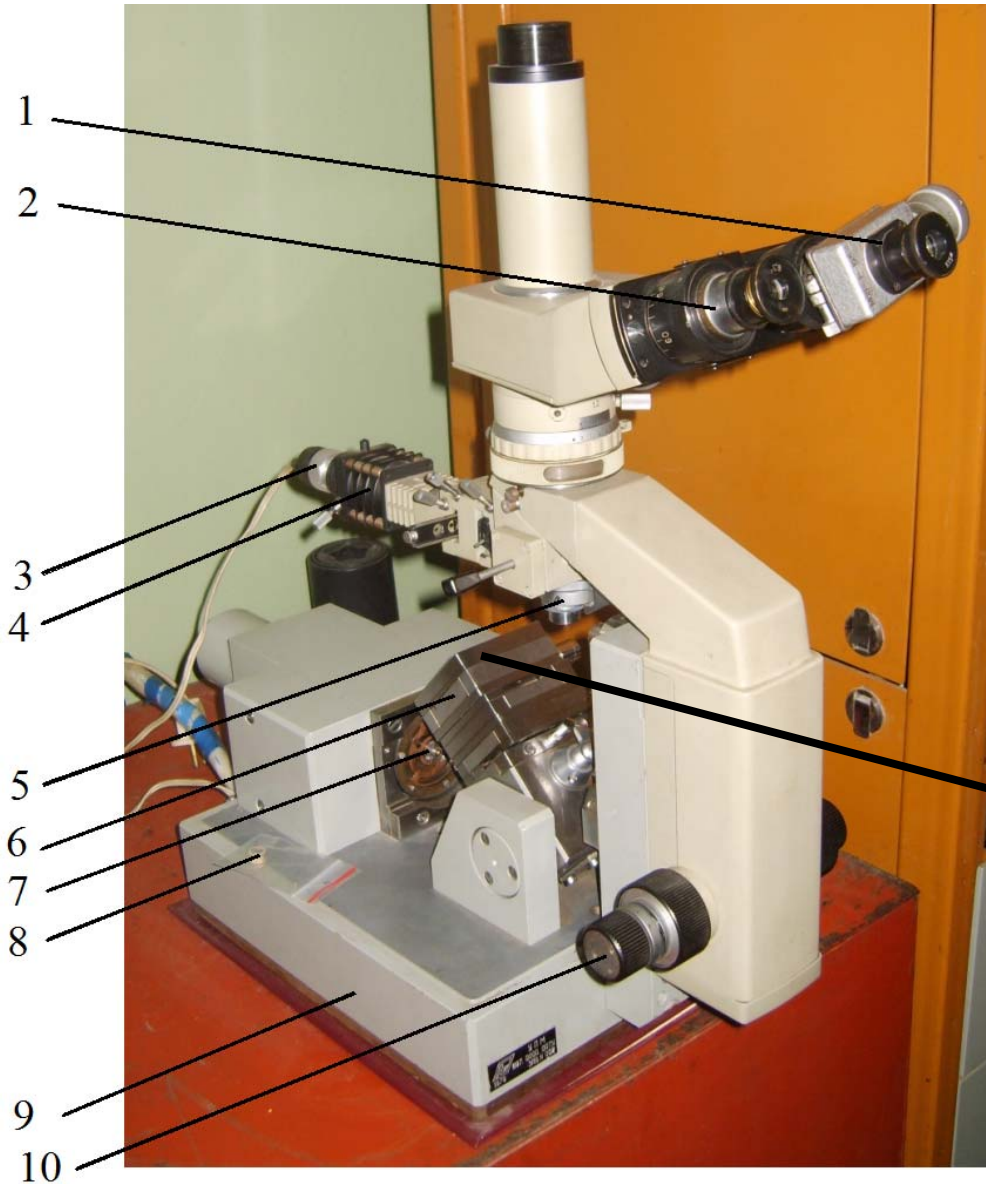
(f) Polymer



Рисунок 1.6 - Види діаграм навантаження для різних матеріалів, а) пружне тверде тіло, б) кварцеве скло, в) сталь, г) кристалічний кремній, д) сапфір, е) полімер



# Прилад УПМ-11



1-окуляр - мікрометр

2-окуляр

3-лампочка

4-конденсор

5-об'єктив

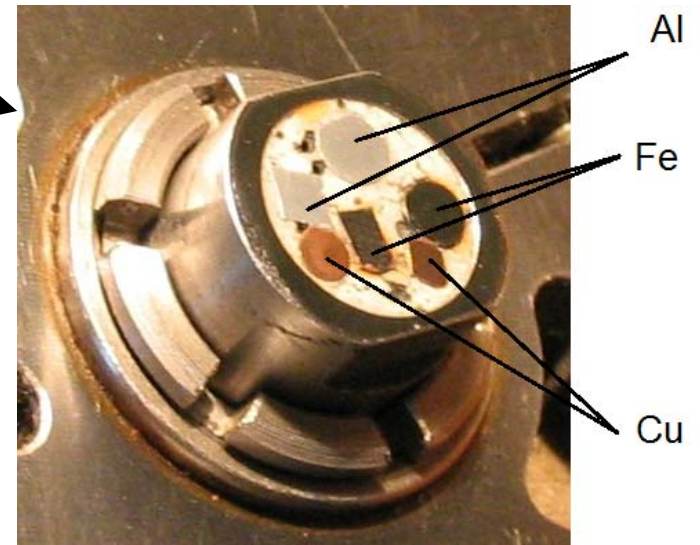
6-рухомий тримач зразка

7-индентор

8-блок переміщення

9-корпус

10-фокусувальний пристрій



# Параметри діаграми

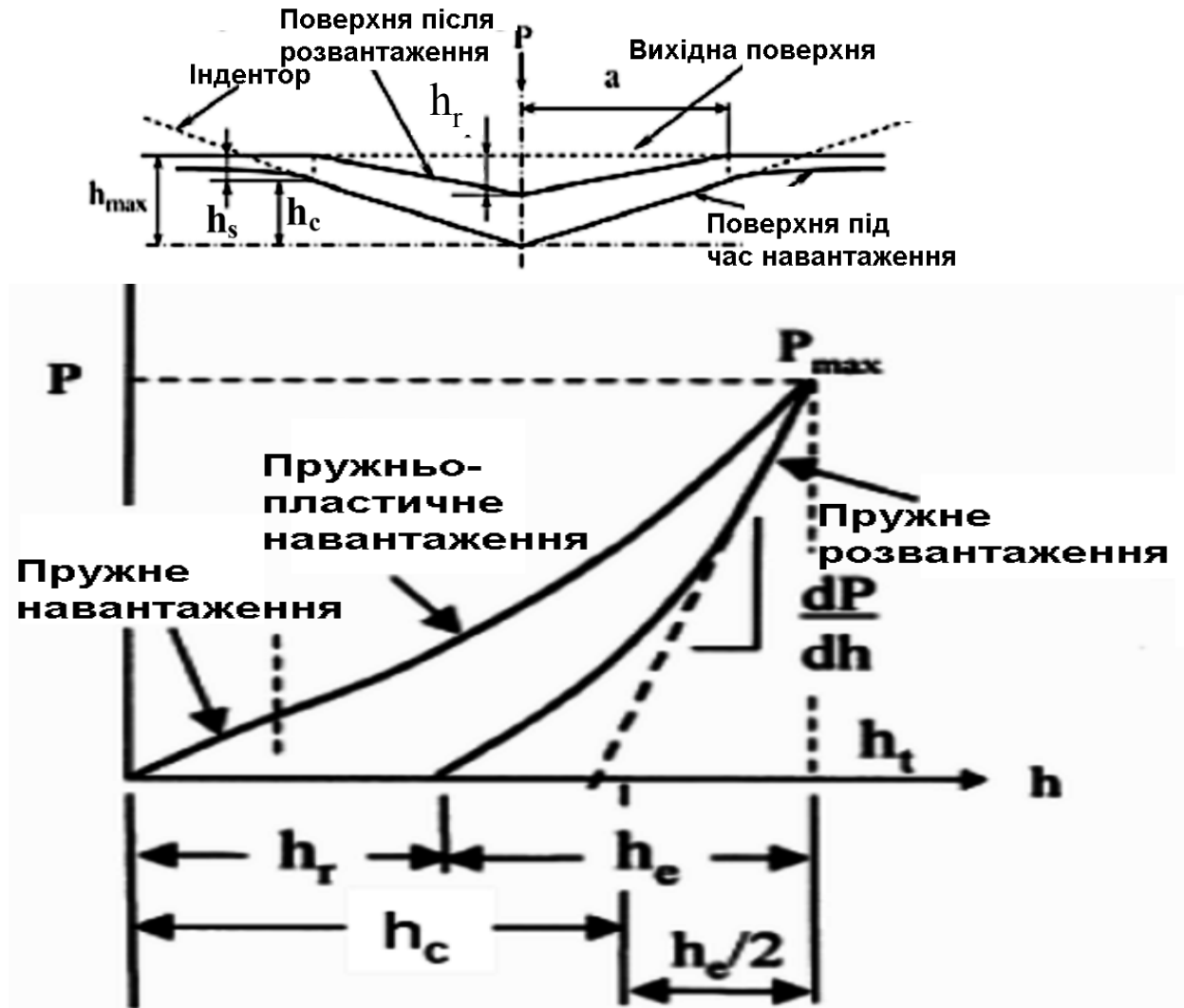
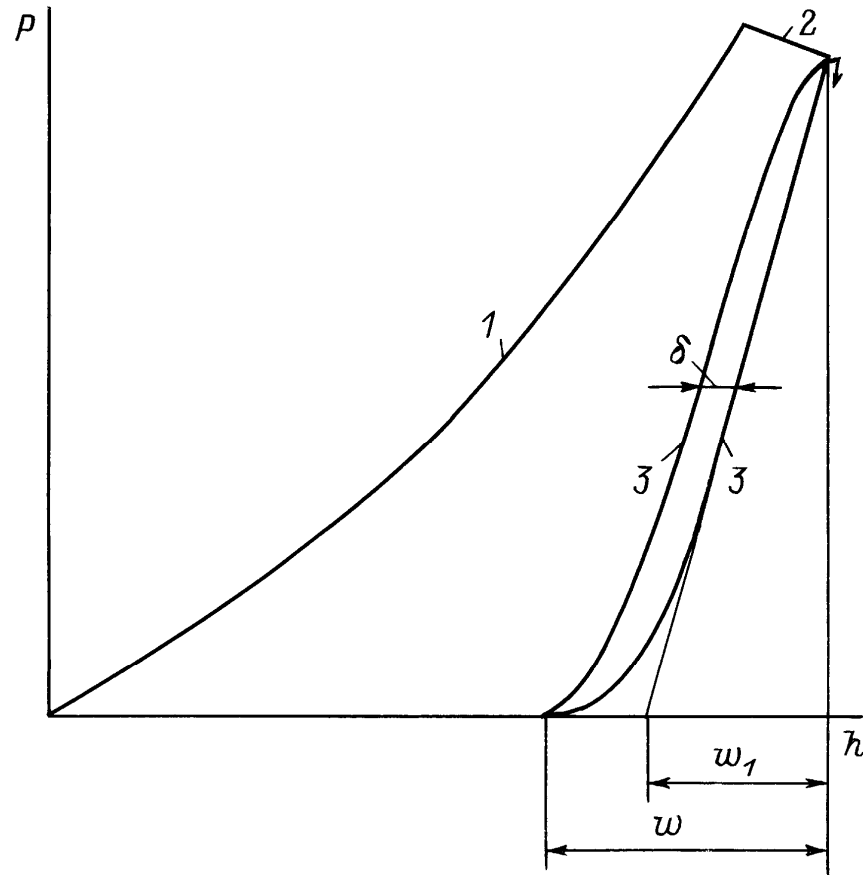
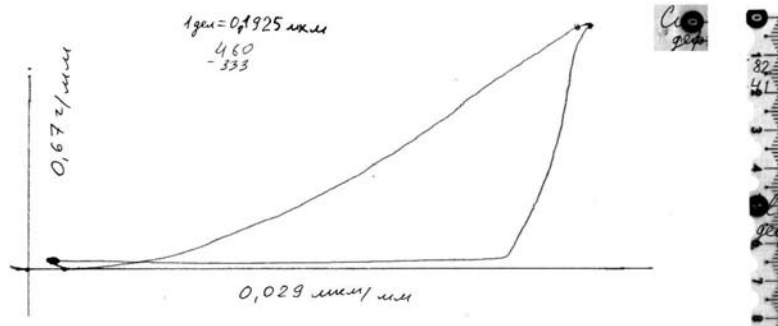
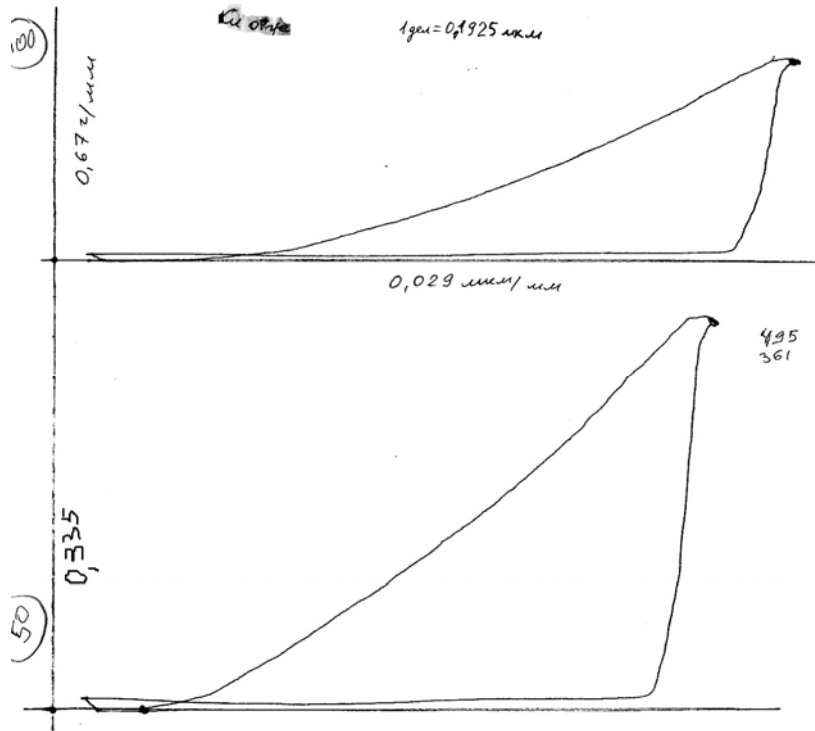


Рисунок 1.11 – Діаграма вдавлювання пірамідального індентора в матеріал в координатах «навантаження  $P$  – переміщення  $h$ ».

# Діаграма



# Вплив деформації

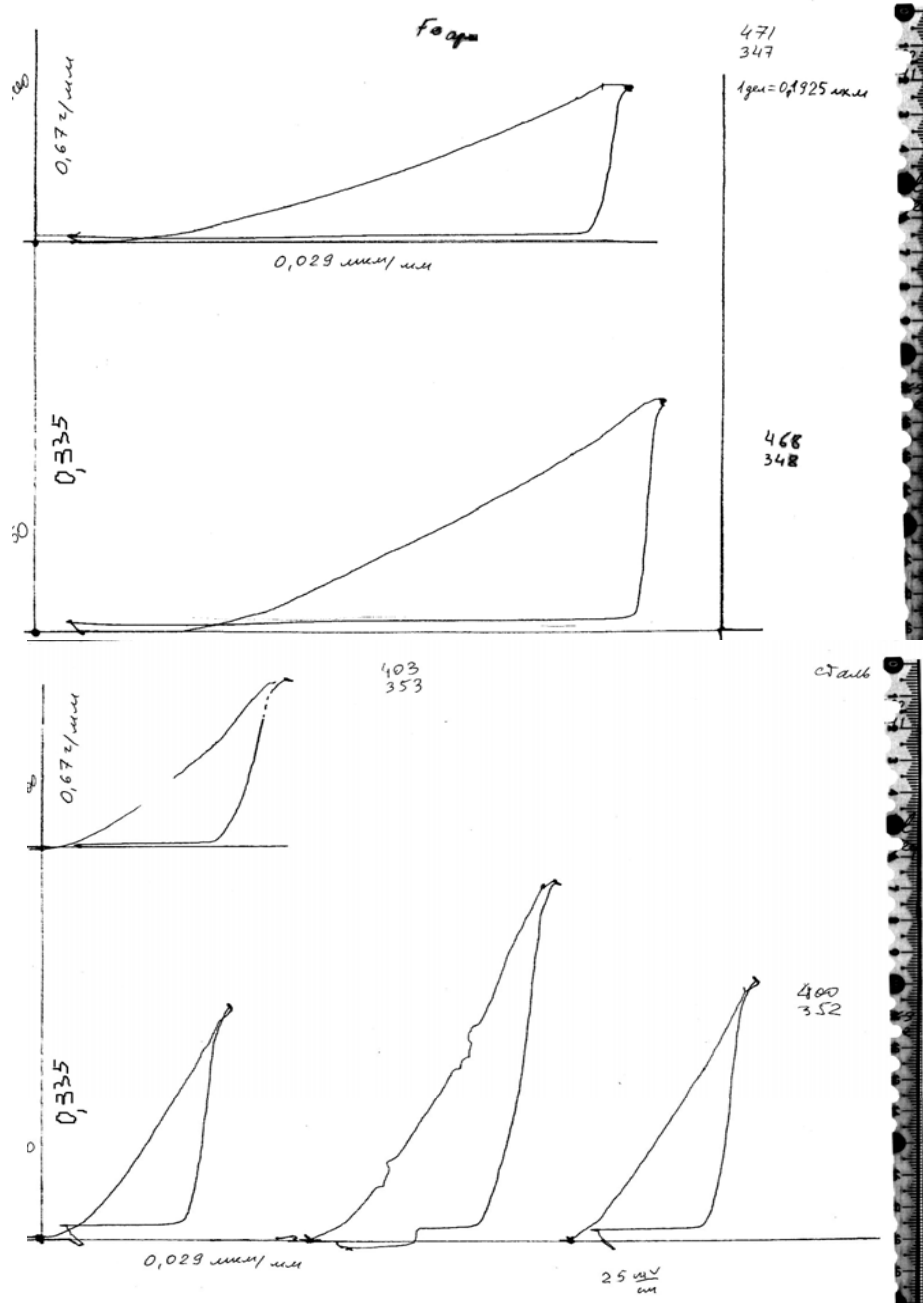


а

б

Діаграма для міді після відпалу (а) і після ударного навантаження (б).

# Вплив деформації



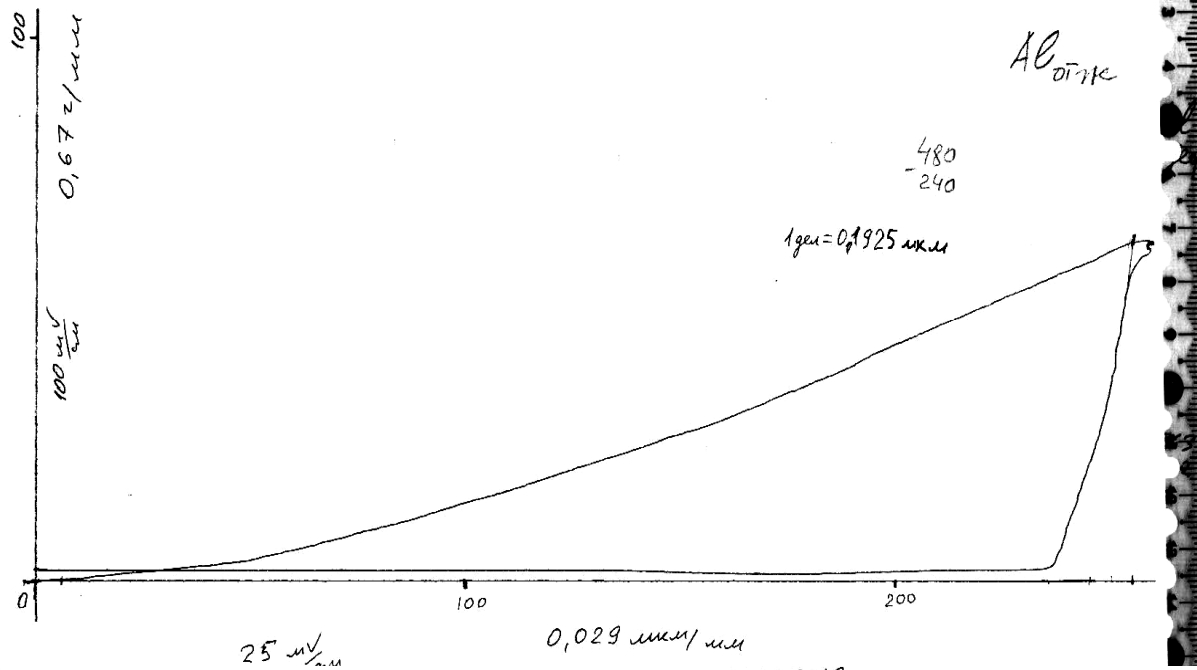
Діаграми  
навантаження:

карбонільного заліза

сталевого дроту

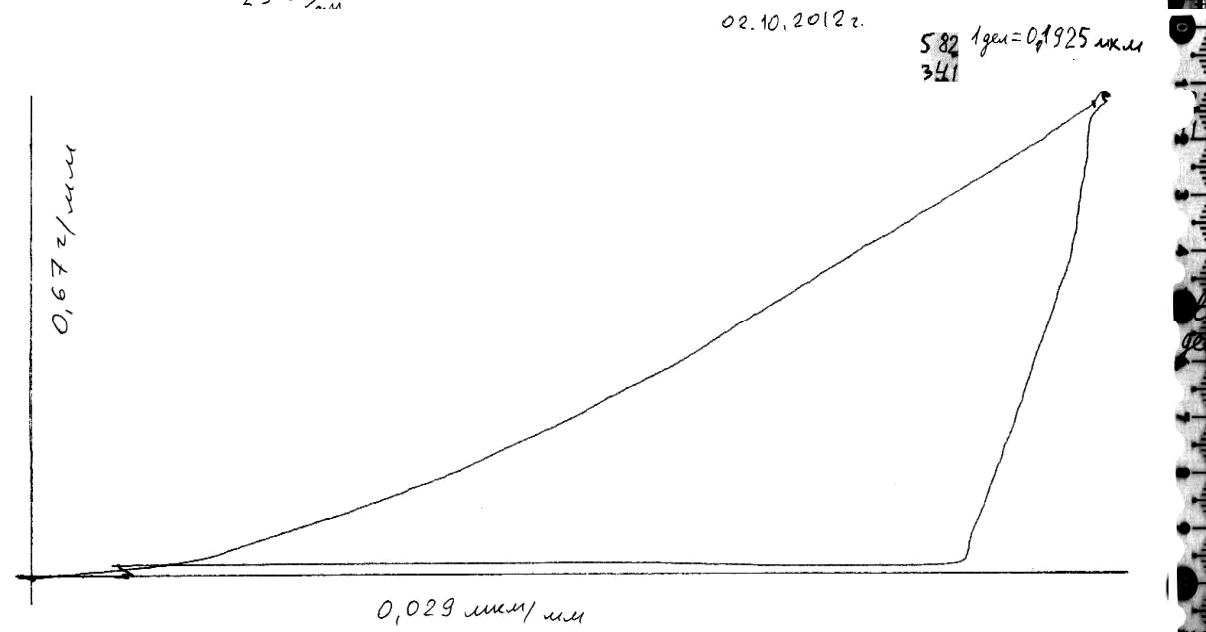
# Вплив деформації

02.10.2012г.



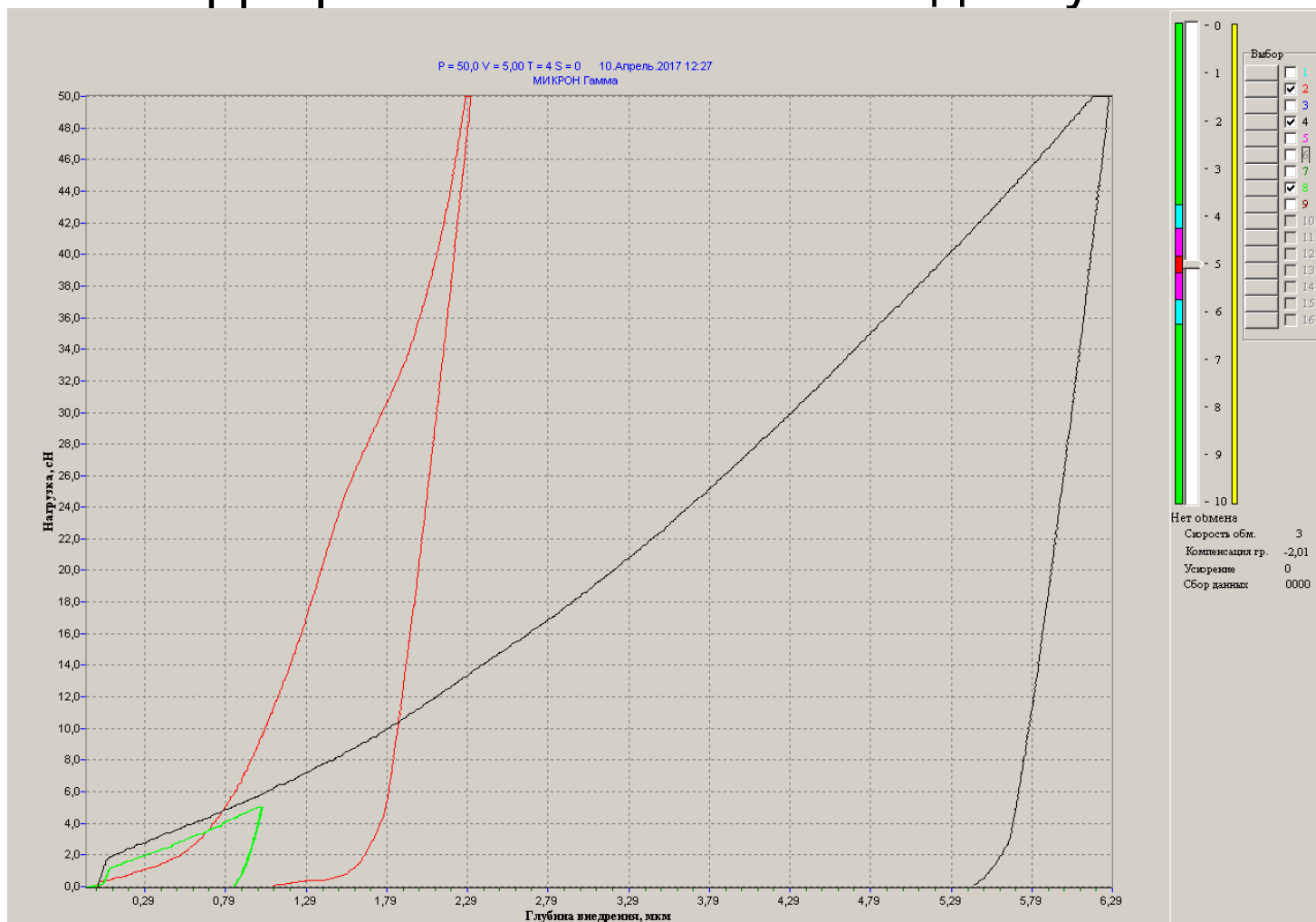
Діаграми навантаження:

алюмінію після відпалу



алюмінієвого дроту  
після деформації

# Діаграми алюмінію після відпалу



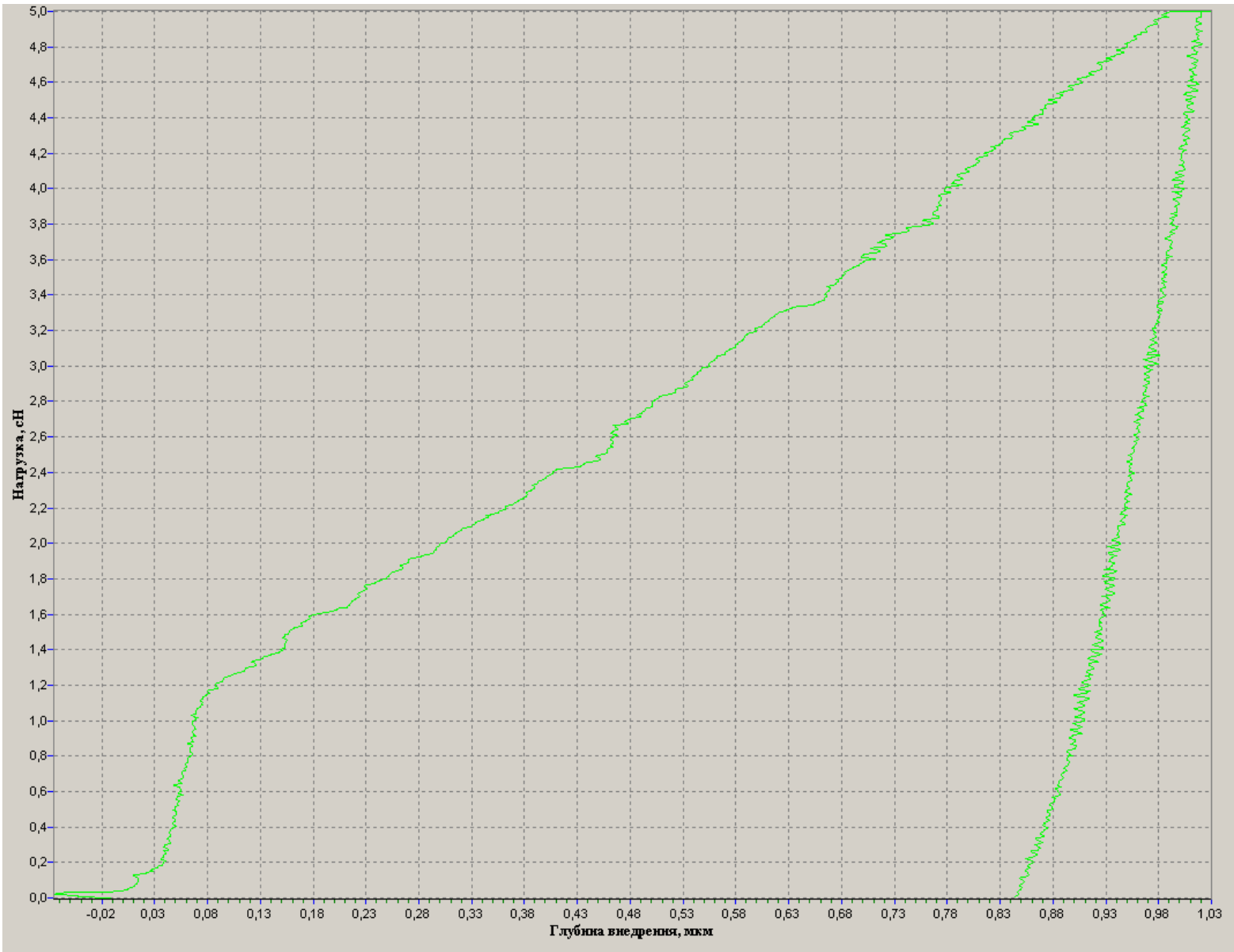
N°	P, гр.	V, гр/с	T, с.	h1, мкм	hc, мкм	h2, мкм	H(Мартел)	Hн(Мейер)	H(Мейер)	E, GPa	Aоб	Aуп	ε (пласт)	K пласт	Напр. GPa
2	50,0	5,0	4	2,315	1,929	1,081	3,863	3,808	5,486	86,5	39,15	30,81	0,213	0,753	1,008
4	50,0	5,0	4	6,286	5,838	5,434	0,674	0,517	0,599	24,7	136,66	57,74	0,577	0,918	0,137
8	5,0	0,5	4	1,027	0,934	0,841	3,297	1,935	2,339	74,4	2,92	5,65	-0,936	0,921	0,512

Матеріал  
Al, відпал

Модуль E, ГПа  
70

Мікротвердість, МН/м<sup>2</sup>  
324

# Діаграма алюмінію після відпалу





# Опрацювання результатів експерименту

1) Обчислюють контактну жорсткість системи в верхній третині кривої зняття навантаження:

$$S = dP/dh \quad (1.3)$$

2) Обчислюють глибину прогибу (deflection):  $hs = (2(\pi - 2)/\pi) \cdot P_{\max}/S \sim 0,75 \cdot P_{\max}/S$  (1.4)

3) Обчислюють контактну глибину:  $h_c = h_{\max} - h_s$  (1.5)

4) Обчислюють проекцію контактної поверхні:  $A_c = 4h^2 \tan^2(\alpha/2) = 24,5 \cdot h_c^2$  (1.6)

5) Обчислюють ефективний модуль Юнга контактної пари «матеріал зразка – індентор»:  $E_r = \beta \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A_c}}$

6) Обчислюють модуль Юнга матеріалу:  $E = \frac{1 - \nu^2}{\frac{1}{E_r} - \frac{1 - \nu_{ind}^2}{E_{ind}}}$

Порівнюють з літературними даними.

7) Обчислюють мікротвердість (відношення максимального навантаження к площі проекції відновленого відбитку):

$$H_V = \frac{P}{A_c} = \frac{P_{\max}}{24,5 h_c^2} \quad (1.9)$$

8) визначають мікротвердість за величиною діагоналі  $d$  ( $h = d/7$ ) залишкового пластичного відбитка:

$$\dot{H}_V = \frac{1,854 P}{d^2} \quad (1.10)$$

9) Обчислюють пружне відновлення зразка:

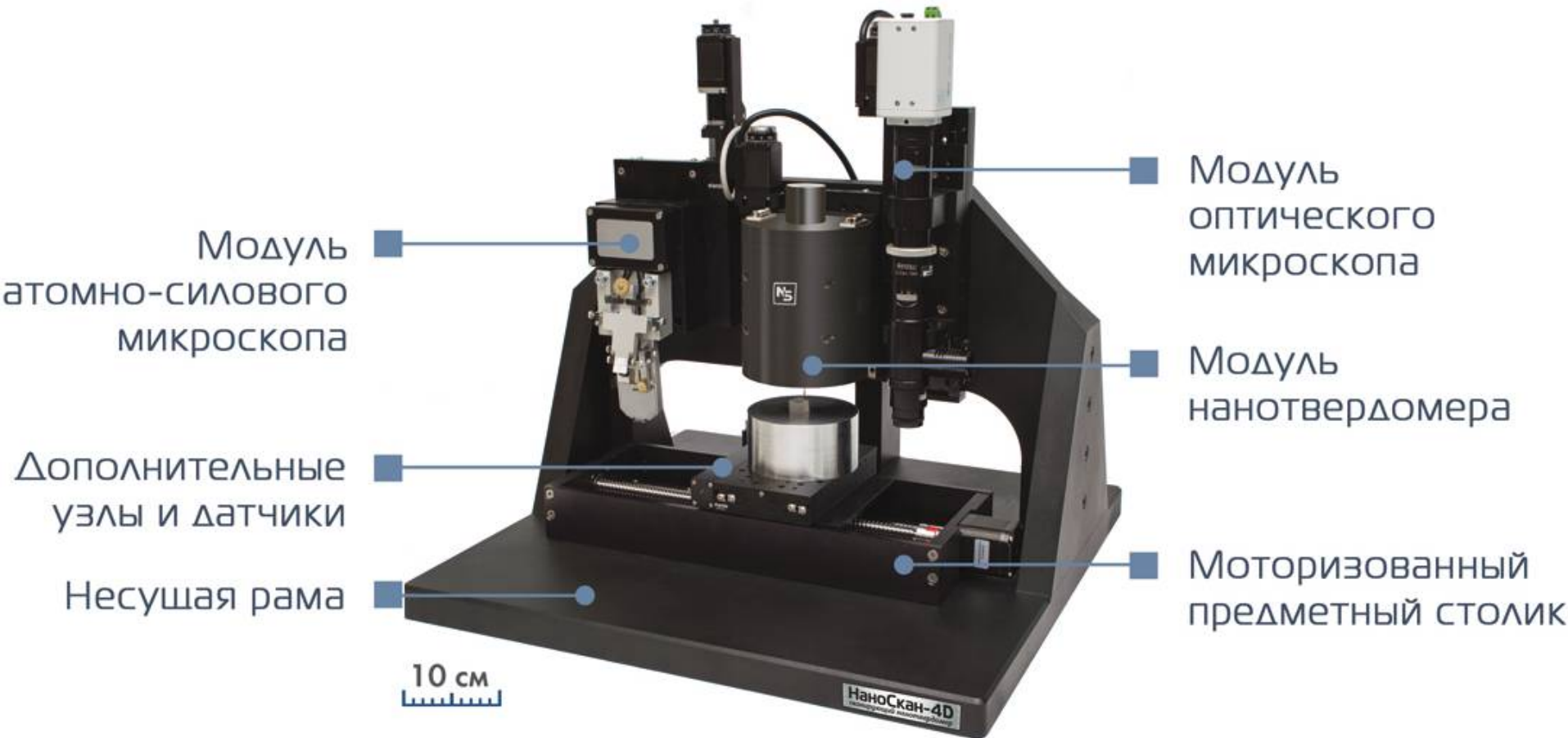
$$R = (hm - hr) / hm, \quad (1.11)$$

де  $hm$  – найбільша глибина,  $hr$  – глибина після зняття навантаження.

10) розрахувати співвідношення кількості пластичної та пружної енергії під час навантаження.

11) Розраховують характеристику пластичності  $\delta$  (відношення пластичної до повної роботи під час деформації) з площі під відповідними кривими.

# Багатофункціональний пристрій



вимірний комплекс «НаноСкан-4D», що реалізує методи дослідження фізико-механічних властивостей на субмікронних і нанометрових масштабах

# Перелік літератури

Rozhanskii V.N., Velednitskaya M.A. // Phys. Stat. Sol.(a). 1971. V.8. №2. P.551-564.

Pethica J.B., Hutchings R., Oliver W.C. // Phil. Mag.A. 1983. V.48. №4. P.593-606.

Б. А. Галанов, О. Н. Григорьев, Ю. В. Мильман, И. П. Рагозин. Определение твердости и модуля Юнга по глубине внедрения пирамидального индентора. – Проблемы прочности, 1983, №11.

Булычев С.И., Алехин В.П. Испытание материалов непрерывным вдавливанием индентора. М., 1990.

Pharr, G.M.; Oliver, W.C.; Brotzen, F.R. On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation. // *Journal of Materials Research*, v. 7, n. 3, p. 613-617, 1992.

W.C. Oliver, G.M. Pharr «Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology» J. Mater. Res., Vol. 19, No. 1, Jan 2004

Федосов С.А., Пешек Л. Определение механических свойств материалов микроиндентированием: Современные зарубежные методики. - М.: Физический факультет МГУ, 2004. - 100 с.

С.А.Фирстов, В.Ф.Горбань, Э.П.Печковский. Новая методология обработки и анализа результатов.

ГОСТ Р 8.748-2011 «Государственная система обеспечения единства измерений. Металлы и сплавы. Измерение твердости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании. Часть 1. Метод испытаний».