

УДК 620.178.15

## ОЦЕНКА НАНОТВЕРДОСТИ МАТЕРИАЛОВ СФЕРОКОНИЧЕСКИМ ИНДЕНТОРОМ

В. И. МОЩЕНОК, Н. А. ЛАЛАЗАРОВА, А. В. МОЩЕНОК, С. В. ДЕМЧЕНКО

*Харьковский национальный автомобильно-дорожный университет*

Разработаны геометрическая и математическая модели пирамиды Берковича, позволяющие в зависимости от величины износа ее вершины корректно измерять твердость в нанодиапазоне. Установлено, что сфероконическим индентором можно с большей достоверностью определять характер изменения поверхностной и объемной твердости в зависимости от нагрузки при индентировании эталонных мер твердости. Экспериментально выявлены прямой и обратный размерные эффекты при данных измерениях.

**Ключевые слова:** пирамида Берковича, наноиндентирование, наноструктурирование поверхности.

Единственным прямым способом аттестации очень тонких поверхностных слоев и любых других наноразмерных объемов материала является наноиндентирование [1], которое дает возможность оценивать ряд физико-механических свойств наноструктурированных поверхностей и объемов [2]. Стандарт [3] регламентирует при измерении нанотвердости глубину внедрения индентора  $h \leq 0,2 \mu\text{m}$ , что предполагает использование нагрузок на индентор в десятых и сотых долях  $\text{mN}$ , а также получение отпечатков очень малых размеров. Из-за больших трудностей, связанных с точной визуализацией отпечатков и получением их размеров, не удастся определить нанотвердость методом восстановленного отпечатка [4]. Для этого используют кинетическое индентирование, которое предусматривает непрерывное внедрение индентора в исследуемую поверхность под возрастающей нагрузкой [5].

**Методика исследований.** Твердость при непрерывном индентировании [3] для пирамиды Берковича определяли по формуле

$$H_{IT} = \frac{F_{\max}}{A_p} = \frac{F_{\max}}{23,96 \cdot h_c^2}, \quad (1)$$

где  $F_{\max}$  – максимальная нагрузка;  $A_p$  – площадь проекции контакта индентора с материалом;  $h_c$  – глубина контакта.

Следовательно, при расчете значений  $H_{IT}$  используют глубину контакта  $h_c$ , а нанотвердомерами измеряют перемещение индентора  $h$ . В настоящее время для расчета величины  $h_c$  применяют модифицированный метод Оливера и Фарра (ОиФ) [6]. Здесь необходимо знать не только глубину внедрения индентора  $h$ , фиксируемую прибором, но и величину упругого прогиба поверхности образца на краю контакта  $h_s$ . Ее нельзя измерить, но можно определить при помощи сложных и трудоемких графоаналитических расчетов контактной жесткости по наклону касательной к разгрузочной ветви кривой индентирования в максимальной точке. Проверить точность этих данных невозможно, поэтому к значению твердости индентирования нужно относиться с осторожностью.

Кроме того, метод ОиФ требует обязательного калибрования на двух эталонах перед началом испытаний в широком диапазоне глубин внедрения индентора, чтобы рассчитать теоретическую площадь контакта индентора с исследуемым материалом. При вычислениях используют только пластическую составляющую деформации, а упругую не учитывают. Следовательно, этот метод целесообразен для упругопластичных и пластичных материалов и непригоден для оценки твердости упругих, контактная площадь поверхности которых с индентором предельно мала и приближается к нулевому значению. Его можно использовать с определенными допущениями, при этом для каждого значения нагрузки необходимо отдельное индентирование, что весьма трудоемко и вызывает погрешности для неоднородных материалов.

В ХНАДУ разработаны методы оценки нанотвердости по глубине внедрения индентора  $h$ , измеряемой прибором. Их условно можно разделить на три основные группы: отношение нагрузки к проекции отпечатка – проекционная твердость; отношение нагрузки к поверхности отпечатка – поверхностная и отношение нагрузки к объему отпечатка – объемная.

Поверхностную, проекционную и объемную твердость любых материалов определяют для всего интервала нагружения индентора как отношение нагрузки к площади поверхности, проекции или объему внедренной части индентора, которую рассчитывают по глубине его внедрения  $h$ . Предложенные способы лишены недостатков методики ОиФ и позволяют получать значения нанотвердости с учетом упругой и пластической составляющих деформации.

Наиболее часто для наноиндентирования используют трехгранную пирамиду Берковича с углом при вершине  $65,03^\circ$  или  $65,27^\circ$  и значительно реже – сферические или сфероконические инденторы, что обусловлено сложностью изготовления из алмаза их поверхностей.

Индентор Берковича представляет собой пирамиду с притупленной вершиной в виде сферы радиусом от 50 до 500 nm, т. е. это сферопирамидальный индентор. По мере развития технологий изготовления алмазных инденторов и прецизионных станков радиусы притупления вершины пирамиды постоянно уменьшаются, а форма приближается к идеально острой. Однако получить идеально острую форму не удастся, так как при эксплуатации вершина дополнительно притупляется и появляются линии пересечения ее граней, которые с трудом поддаются измерению и математическому описанию, что снижает точность результатов.

Этих недостатков лишены инденторы в виде сферы или конуса с известным радиусом закругления вершины, геометрические параметры которых легко вычислить по формулам. В последнее время появились публикации, посвященные определению нанотвердости именно такими инденторами и исследованию особенностей индентирования (геометрические параметры контакта, напряжения в зоне контакта, характер изменения твердости в зависимости от глубины внедрения индентора и нагрузки) [7, 8].

Поэтому для определения поверхностной, проекционной или объемной нанотвердости актуально разработать геометрическую и математическую модели сферопирамидального и сфероконического инденторов, что позволит рассчитать площадь боковой поверхности внедренной части индентора для любого радиуса закругления вершины при какой угодно глубине его внедрения.

**Результаты и их обсуждение.** Для определения площади боковой поверхности пирамиды Берковича при любых радиусе притупления вершины и глубине внедрения индентора необходимо создать геометрическую и математическую модели пирамиды с учетом износа его вершины (рис. 1).

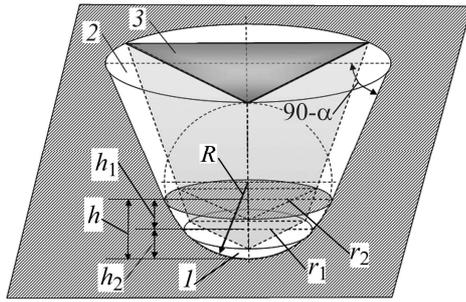


Рис. 1. Сфероконическая и сферопирамидальная геометрические модели пирамиды Берковича:  
 1 – притупленная вершина индентора в виде шарового сегмента;  
 2 – описанный конус вокруг пирамиды;  
 3 – пирамида без притупленной вершины;  
 $h$  – глубина внедрения сфероконического или сферопирамидального инденторов;

$h_2$  – максимальная глубина внедрения сферической части индентора;  
 $h_1$  – глубина внедрения его конической или пирамидальной частей;  
 $r_1, r_2$  – радиусы проекции сечения сферической и конической частей индентора на основную плоскость;  $\alpha$  – половина угла между образующими усеченного конуса;  
 $R$  – радиус закругления вершины индентора.

Fig. 1. Spheroconical and spheropyramidal geometric models of the Berkovich pyramid:  
 1 – blunted apex of the indenter in the form of a spherical segment;  
 2 – circum-cone around the pyramid; 3 – pyramid without the blunted apex;  
 $h$  – depth of penetration of the spheroconical indenter;  $h_2$  – maximum depth of penetration of the indenter spherical part;  $h_1$  – depth of penetration of the indenter conical part;  
 $r_1, r_2$  – radius of projection of the section of the indenter spherical and conical parts on the base plane;  $\alpha$  – half of the angle between generators of the truncated cone;  
 $R$  – radius of the indenter apex rounding.

Такая модель – это пирамида Берковича с радиусом закругления вершины  $R$ , внедренная в образец на глубину  $h$ , равную сумме глубин внедрения сферической ( $h_2$ ) и пирамидальной ( $h_1$ ) ее частей. Вокруг боковых граней пирамиды опишем конус 2 с радиусом  $r_2$ , очерчивающий площадь поперечного сечения внедренной в образец части конуса. Конус плавно сопрягается с притупленной сферической частью 1 пирамиды Берковича. Такая геометрическая модель позволит очертить границы от идеально острой пирамиды Берковича до максимально закругленной вершины 1 и линий пересечения боковых граней, которые плавно преобразуются в описанный вокруг пирамиды конус 2. Следовательно, с помощью такой модели пирамиды Берковича можно определить границы возможных изменений геометрических параметров пирамиды по мере ее притупления при эксплуатации либо недостаточно высокой точности ее изготовления. В общем виде для любого радиуса притупления вершины пирамиды Берковича получаем:

$$S^{65,27} = S_1^{65,27} + S_2^{65,27} = 29,684R^2 - 2\pi R^2 + 29,684h^2 - 278,196R + 278,196h - 59,368R^2 \cos \varphi + 2\pi R^2 \cos \varphi + 278,196R \cos \varphi + 29,684R^2 \cos^2 \varphi - 59,368Rh + 2\pi Rh + 59,368Rh \cos \varphi, \quad (2)$$

где  $h$  – глубина внедрения индентора;  $R$  – радиус закругления его вершины;  $\varphi = 90 - \frac{\alpha}{2}$ ,  $\alpha$  – угол при вершине конуса, описанного вокруг пирамиды Берковича;  $S^{65,27}$ ,  $S_1^{65,27}$  – площадь боковой поверхности реальной и усеченной пирамиды Берковича;  $S_2^{65,27}$  – площадь боковой поверхности притупленной вершины.

Из формулы (2) можно достаточно точно определить площадь боковой поверхности сферопирамидального индентора при любых глубине его внедрения  $h$  и радиусе закругления (притупления) вершины  $R$ .

Нанотвердость исследовали на приборе NanoTest фирмы Micro Materials Ltd (Англия) [9] сфероконическим индентором с радиусом закругления вершины 8600 nm и высотой сферической части 4300 nm с углом при вершине 60° и 90°, что позволяло использовать сферическую часть во всем нанодиапазоне глубин внедрения.

Для используемых сфероконических инденторов предложены математические модели, с учетом которых построены формулы для определения невозстановленной поверхностной, проекционной и объемной нанотвердости по глубине внедрения индентора. Площадь боковой поверхности модели сфероконического индентора

$$S = S_1 + S_2, \quad (3)$$

где  $S_1$  – площадь боковой поверхности усеченного конуса индентора;  $S_2$  – площадь боковой поверхности его вершины.

Площадь боковой поверхности модели сфероконического индентора с углом при вершине 60° и радиусом ее закругления 8600 nm

$$S = S_1 + S_2 = 2\pi Rh + (2,09h^2 + 22805,45h - 10577173,84). \quad (4)$$

Поверхностная его нанотвердость с учетом выражения (4)

$$HR^{60-8600} = \frac{F}{S_1^{60} + S_2^{60}} = \frac{F}{2\pi Rh + (2,09h^2 + 22805,45h - 10577173,84)}, \quad (5)$$

где  $R$  – радиус закругления вершины, mm;  $h$  – глубина внедрения индентора в исследуемый материал, mm;  $S_1^{60}$ ,  $S_2^{60}$  – площади сферической и конической поверхностей внедренной части индентора с углом при вершине 60°.

Для сфероконического наноиндентора с углом при вершине 90° и радиусом ее закругления 8600 nm

$$HR_1^{90-8600} = \frac{F}{S_1^{90} + S_2^{90}} = \frac{F}{2\pi Rh + (4,398h^2 + 31220,519h - 107920692)}, \quad (6)$$

где  $S_1^{90}$ ,  $S_2^{90}$  – площади сферической и конической поверхностей внедренной части индентора с углом при вершине 90°.

Для расчета проекционной твердости с помощью сфероконического индентора воспользуемся следующей схемой (рис. 1). Общая глубина его внедрения

$$h = h_1 + h_2. \quad (7)$$

Площадь проекции сечения внедренной части на основную плоскость

$$S_1 = \pi \left( \sqrt{h_2(2R - h_2)} + \frac{h_1}{\operatorname{tg}\alpha} \right)^2. \quad (8)$$

Проекционная твердость с учетом выражения (8)

$$H_2^{2\alpha-R} = \frac{F_1}{\pi \left( \sqrt{h_2(2R - h_2)} + \frac{h_1}{\operatorname{tg}\alpha} \right)^2}, \quad (9)$$

где  $F_1$  – максимальная нагрузка, N.

Для сфероконического наноиндентора с углом при вершине 60° и радиусом ее закругления 8600 nm объемная нанотвердость при глубине внедрения  $h \leq 4300$  nm

$$HR_3^{60-8600} = \frac{F}{1,047 \cdot h^2 (3R - h)}; \quad (10)$$

а при глубине  $h > 4300$  nm

$$\begin{aligned} HR_3^{60-8600} &= \frac{F}{V_2 + V_1} = \\ &= \frac{F}{1,047 \cdot h^2 (3R - h) + (0,349h^3 + 9000h^2 + 77465070h - 527198826998)} = \\ &= \frac{F}{0,349h^3 + 9000h^2 + 77465070h - 52779489468}. \end{aligned} \quad (11)$$

Для сфероконического наноиндентора с углом при вершине  $90^\circ$  и радиусом ее закругления 8600 nm объемную нанотвердость при глубине внедрения  $h \leq 2519$  nm определяют по формуле (10), а при  $h > 2519$  nm

$$\begin{aligned} HR_3^{90-8600} &= \frac{F}{V_2 + V_1} = \frac{F}{1,047 \cdot h^2 (3R - h) + V_1} = \\ &= \frac{F}{1,047 \cdot h^2 (3R - h) + (1,047h^3 + 11188h^2 + 39857707h - 188089106499)} = \\ &= \frac{F}{1,047h^3 + 11188h^2 + 39852518h - 188110499426}. \end{aligned} \quad (12)$$

Наноиндентированием сферической поверхностью сфероконического индентора можно значительно упростить обработку результатов испытаний, поскольку более точно и просто удастся рассчитать площадь поверхности и объем внедренной части.

Поверхностная нанотвердость для сферического индентора

$$HB = \frac{F}{S} = \frac{F}{2\pi Rh}, \quad (13)$$

где  $S$  – площадь боковой поверхности внедренной сферической его части;  $F$  – нагрузка в любой точке нагрузочной ветви диаграммы индентирования.

Объемная нанотвердость индентора

$$HB = \frac{F}{V} = \frac{F}{1,047 \cdot h^2 (3R - h)}, \quad (14)$$

где  $V$  – объем внедренной сферической его части. По объемной нанотвердости можно более информативно оценить изменение механических свойств материалов в локальных нанообъемах.

Индентировали стальную меру твердости 103 HB10/3000/10, по формулам (13) и (14) рассчитали поверхностную и объемную нанотвердость для всего интервала нагружения сферической части сфероконического индентора и построили зависимости поверхностной и объемной нанотвердости от нагрузки (рис. 2). Выявили, что с ростом нагрузки поверхностная нанотвердость увеличивается. Такое явление получило название “обратного размерного эффекта” [10, 11], а объемная всегда уменьшается – “прямой размерный эффект” [12, 13]. Характер изменения твердости с увеличением нагрузки (размерный эффект) определяется геометрией индентора и для поверхностной твердости может изменяться в зависимости от геометрии индентора, а для объемной – всегда одинаков.

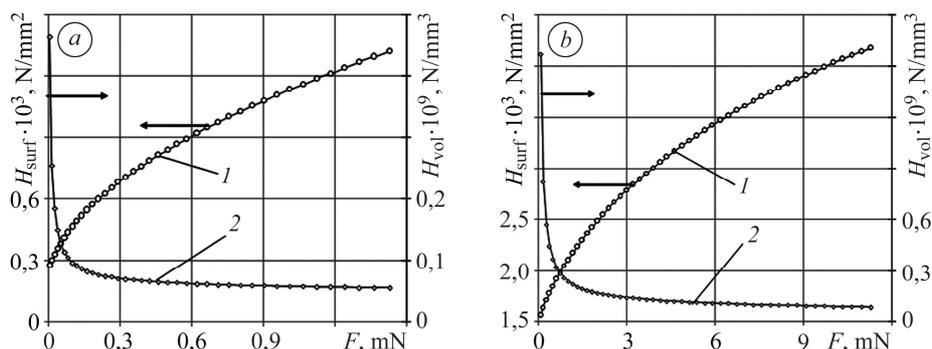


Рис. 2. Зависимость поверхностной (кривая 1) и объемной (кривая 2) нанотвердости от нагрузки при индентировании меры твердости 103 HB10/3000/10 сферической частью сфероконического индентора:  $a - 2 \text{ mN} < F_{\max} < 4 \text{ mN}$ ;  $h = 0 \dots 40 \text{ nm}$ ;  $b - 5 \text{ mN} < F_{\max} < 30 \text{ mN}$ ;  $h = 0 \dots 100 \text{ nm}$ .

Fig. 2. Dependence of the surface (curve 1) and volumetric (curve 2) nanohardness on the load during indentation of hardness measure 103 HB 10/3000/10 with the spherical part of the spheroconical indenter:  
 $a - 2 \text{ mN} < F_{\max} < 4 \text{ mN}$ ;  $h = 0 \dots 40 \text{ nm}$ ;  $b - 5 \text{ mN} < F_{\max} < 30 \text{ mN}$ ;  $h = 0 \dots 100 \text{ nm}$ .

Постоянство характера зависимости объемной нанотвердости от нагрузки имеет важное значение в том случае, когда необходимо сравнить результаты измерений нанотвердости инденторами с различной геометрией.

### ВЫВОДЫ

Впервые разработаны геометрическая и математическая модели сферопирамидального индентора Берковича, которые учитывают изменение его геометрических параметров вследствие износа вершины. Обосновано применение сфероконических наноинденторов, преимуществом которых является постоянство геометрии и простота определения профиля. Разработаны формулы для определения невозстановленной поверхностной, проекционной и объемной нанотвердости сфероконических инденторов. Ее можно рассчитывать для любых материалов во всем интервале нагружения индентора, используя в качестве основного параметра глубину его внедрения, измеряемую прибором, при этом учитываются как упругая, так и пластическая составляющие деформации. При определении нанотвердости сфероконическим индентором выявлен обратный размерный эффект (reverse indentation size effect) для поверхностной твердости и прямой (indentation size effect) – для объемной.

**РЕЗЮМЕ.** Розроблено геометричну і математичну моделі піраміди Берковича, які дають можливість залежно від величини зносу її вершини коректно вимірювати твердість у нанодіапазоні. Встановлено, що сфероконічним індентором можна з більшою достовірністю визначати характер зміни поверхневої і об'ємної твердості залежно від навантаження під час індентування еталонних мір твердості. Експериментально виявлено прямиї і зворотні розмірні ефекти за цих вимірювань.

**SUMMARY.** The geometric and mathematical models of the Berkovich pyramid have been developed that allow, depending on the wear rate of its vertex, to measure correctly the hardness within the nanorange. Applying the spheroconical indenter for the nanorange, the nature of changing surface and volumetric hardness depending on loading during indentation of hardness standard measures, can be determined with high precision. The direct and inverse size effects under these measurements have been established experimentally.

1. Головин Ю. И. Исследование механических свойств материалов методами наноиндентирования (обзор) // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2009. – 75, вып. 2. – С. 37–53.

2. Белоус В. А., Павлов В. С., Толмачева Г. Н. Наноиндентирование поверхностных слоев материалов // Вопросы атомной науки и техники. Сер.: Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники. – 2009. – № 6. – С. 146–148.
3. *Metallic Materials*. Instrumented indentation test for hardness and materials parameters. Part 1: Test method: ISO 14577. – Switzerland: ISO Central Secretariat, 2002. – 32 p.
4. Моценко В. И. Новые методы определения твердости материалов. – Харьков: ХНАДУ, 2013. – 324 с.
5. Оцінювання експлуатаційної деградації сталі газопроводу руйнівними і неруйнівними методами / Ю. В. Мільман, Г. М. Никифорчин, К. Е. Грінкевич, О. Т. Цирульник, І. В. Ткаченко, В. А. Волошин, Л. В. Мордель // Фіз.-хім. механіка матеріалів. – 2011. – **47**, № 5. – С. 13–18.  
(*Mil'man Yu. V., Nykyforchyn H. M., Hrinkevych K. E., Tsyurul'nyk O. T., Tkachenko I. V., Voloshyn V. A., and Mordel' L. V.* Assessment of the in-service degradation of pipeline steel by destructive and nondestructive methods // *Materials Science*. – 2011. – **47**, № 5. – P. 583–589.)
6. Oliver W. C. and Pharr G. M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments // *J. Mater. Res.* – 1992. – **7**, № 6. – P. 1564–1583.
7. Abu Al-Rub, Rashid K., and George Z. Voyiadjis. Analytical and experimental determination of the material intrinsic length scale of strain gradient plasticity theory from micro- and nano-indentation experiments // *Int. J. of Plasticity*. – 2004. – № 20. – P. 1139–1182.
8. Lihong He. Mechanical behaviour of human enamel and the relationship to its structural and compositional characteristics. – Sydney: University of Sydney, 2008. – 188 p.
9. *Nano Test Materials Testing Platform Two* Copyright Micro Materials Limited. Micro Materials Ltd. – Wrexham. – United Kingdom. – 2000. – Ver. 10.18 (2/8/07).
10. Sangwal K. On the reverse indentation size effect and microhardness measurement of solids // *Materials Chemistry and Physics*. – 2000. – **63** (2). – P. 145–152.
11. Chanya Chuenarrom, Pojjanut Benjakul, and Paitoon Daosodsai. Effect of indentation load and time onnoop and vickers microhardness tests for enamel and dentin // *Materials Research*. – 2009. – **12**, № 4. – P. 473–476.
12. Sangwal K. Review: Indentation size effect, indentation cracks and microhardness measurement of brittle crystalline solids – some basic concepts and trends // *Cryst. Res. Technol.* – 2009. – **44**, № 10. – P. 1019–1037.
13. Indentation Size Effect and Microhardness Study of  $\beta$ -Sn Single Crystals / O. Sahin, O. Uzun, U. Kolemen, B. Duzgun, and N. Ucar // *CHIN. PHYS. LETT.* – 2005. – **22**, № 12. – P. 3137–3140.

Получено 20.07.2015