

## Новые возможности измерения локальных механических характеристик композиционных материалов методом инструментального индентирования

Сотрудники Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Национальный минерально-сырьевой университет «Горный»



**Уманский Александр Сергеевич**

Кафедра «Приборостроение», аспирант



**Потапов Анатолий Иванович**

Заведующий кафедрой «Приборостроение», профессор, д. т. н.



**Гоголинский Кирилл Валерьевич**

ООО «НТТ Константа», генеральный директор, к. т. н.

**К. В. Гоголинский, А. И. Потапов, А. С. Уманский**

*Статья посвящена проблеме определения локальных механических свойств объемно-армированных углерод-углеродных композиционных материалов. Для решения этой задачи предложено использовать метод инструментального индентирования, реализованный микро-нанотвердомером «Константа-МНТ». В статье изложены особенности метода, дано описание измерительной установки и схемы эксперимента, приведены его основные результаты.*

### ВВЕДЕНИЕ

В результате технического прогресса в различных отраслях промышленности все чаще применяются конструкционные армированные углепластиковые материалы, обладающие уникальными характеристиками. Параметры этих материалов зависят от вида и свойств армирующего волокна, схемы его укладки, степени наполнения, свойств полимерного связующего материала, соблюдения технологического процесса производства и т. д.

Задача оценки механических свойств углепластиковых материалов и изделий из них неразрушающими методами решена недостаточно полно, несмотря на активно ведущиеся работы в этом направлении. Для углепластиков, как для наноструктурных материалов, необходима оценка механических свойств на субмикронных и нанометровых масштабах. Один из путей решения этой задачи — применение метода инструментального индентирования (наноиндентирования). Увеличение чувствительности и разрешающей способности первичных преобразователей, переход к цифровым технологиям управления приборами, компьютерная обработка данных, разработка физически обоснованных моделей и способов извлечения из первичных данных реальных характеристик материалов делают наноиндентирование высокоточным и наиболее перспективным методом контроля механических свойств наноструктурированных материалов.

### **1. МЕТОД ИНСТРУМЕНТАЛЬНОГО ИНДЕНТИРОВАНИЯ**

В последние годы для определения твердости и модуля упругости микро- и наноструктурированных материалов, тонких пленок и приповерхностных слоев все шире используется метод инструментального индентирования. Согласно ГОСТ Р 8.748–2011 [1] под инструментальным индентированием понимается процесс, управляемый специальной испытательной установкой, при котором происходит непрерывное внедрение наконечника (алмазная пирамида Берковича, Виккерса, твердосплавный шарик и т. д.) в испытуемый образец под действием плавно возрастающей нагрузки с последующим ее снятием и регистрацией зависимости перемещения наконечника от нагрузки. Наибольшее распространение метод получил в субмикронном и нанометровом диапазоне, поэтому реализующие его приборы называются нанотвердомерами.

Твердость обычно определяют как сопротивление материала вдавливанию другого, более твердого материала. Результаты, полученные при определении твердости по Роквеллу, Виккерсу и Бринеллю, определяют после снятия испытательной нагрузки. Поэтому влияние упругой деформации материала под воздействием наконечника (индентора) не учитывается. Прослеживая полный цикл нагружения и снятия испытательной нагрузки, можно определить значения твердости, которые будут эквивалентны значениям, измеренным классическими методами измерения твердости. Также этот метод позволяет определить модуль упругости и упругопластическую твердость

материала. Эти значения можно вычислить без оптического измерения отпечатка.

## 2. РАСЧЕТ МЕХАНИЧЕСКИХ ВЕЛИЧИН ПО МЕТОДУ ИНСТРУМЕНТАЛЬНОГО ИНДЕНТИРОВАНИЯ

Основы метода инструментального индентирования были разработаны в 1960–70 гг. С. И. Булычевым и В. П. Алехиным, метод был более известен как метод «кинетической твердости» [2]. Однако широкое распространение метод получил после публикаций американских ученых Оливера и Фарра [3] и стал всемирно известен под именем этих авторов. Основные принципы метода рассмотрены ниже.

На рис. 1 показано поперечное сечение области индентирования и параметры, которые используются для анализа. Процесс измерения заключается в следующем: твердый индентор известной формы (в данном случае — индентор Берковича) под действием нагрузки  $P$  вдавливается в поверхность образца с постоянной скоростью. При достижении заданной нагрузки  $P_{\max}$  или глубины вдавливания  $h_{\max}$  движение останавливается на определенное время для выдержки материала под нагрузкой. После этого индентор отводится от поверхности. В процессе вдавливания (нагружения) и отвода (разгрузки) индентора производится непрерывная запись значений нагрузки и соответствующих смещений. Результирующая зависимость представляет собой кривую зависимости силы от деформации (рис. 2).



Рис. 1. Схематическое изображение поперечного сечения процесса индентирования, где  $h_c$  — контактная глубина,  $h_s$  — деформация поверхности по периметру контакта,  $h$  — глубина при максимальной нагрузке,  $h_f$  — финальная глубина отпечатка,  $P$  — сила, прикладываемая к индентору



Рис. 2. Общий вид кривой «сила-деформация»

Анализ полученных данных заключается в построении касательной к разгрузочной кривой в точке максимальной нагрузки и определении угла наклона этой кривой  $S$ , который равен жесткости контакта.

Приведенный модуль упругости  $E_r$ , определяемый как

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1-\nu^2)}{E} + \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i}, \quad (1)$$

где  $E$ ,  $\nu$  и  $E_i$ ,  $\nu_i$  — соответственно модуль Юнга и коэффициент Пуассона измеряемого материала и индентора, вычисляется по формуле:

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A}}, \quad (2)$$

где  $A$  — площадь контактной площадки и  $S$  — измеренная жесткость.

Площадь контактной площадки  $A$  определена как площадь сечения индентора на расстоянии от вершины, равном глубине погружения индентора  $h_c$  при максимальной нагрузке, и вычисляется из уравнения (3):

$$A = F(h_c), \quad (3)$$

где  $F$  — функция формы, которая должна быть определена экспериментально до начала анализа.

Для определения глубины контакта из экспериментальных данных используется формула:

$$h_c = h_{\max} - \varepsilon (h_{\max} - h_i), \quad (4)$$

где  $\varepsilon$  — это константа, связанная с геометрией индентора. Для конического индентора  $\varepsilon = 0,72$

Также можно определить твердость  $H$  как отношение приложенной нагрузки к площади контактной площадки:

$$H = \frac{P_{\max}}{A}. \quad (5)$$

Представленная модель расчета предусмотрена всеми стандартами на метод инструментального индентирования ISO 14577-1:2002 [4], ASTM E2546-07 [5], ГОСТ P8.748-2011 [1] и реализована в программном обеспечении всех коммерческих приборов. Она основана на решениях Снеддона [6], которые в свою очередь являются обобщенным вариантом задачи Герца для деформации 2-х упругих шаров [7]. Уравнения Снеддона решены в приближении внедрения наконечника в однородное полупространство. Прямое при-

менение приведенного алгоритма расчетов для анизотропных или сложно структурированных материалов может приводить к ошибкам при вычислении модуля упругости до 2-х, а твердости — до 4-х раз.

### 3. ОПИСАНИЕ ИСПЫТАТЕЛЬНОЙ УСТАНОВКИ

Представленные в данной работе результаты были получены с помощью нанотвердомера «Константа-МНТ», разработанного компанией ООО «НТТ-Константа», который представляет собой настольный прибор для комплексного контроля и измерения механических свойств микро- и наноструктурированных материалов, тонких фольг и пленок, а также покрытий и упрочняющих слоев толщиной от 0,01 до 100 мкм [8]. Общий вид прибора представлен на рис. 3. Нанотвердомер «Константа-МНТ» реализует методы измерительного индентирования и царапания (скретч-тест).



Рис. 3. Микро-нанотвердомер «Константа МНТ»

Технические характеристики прибора представлены в табл. 1.

Наличие цифрового оптического микроскопа высокого разрешения и прецизионной системы позиционирования образца позволяет выбирать область исследований и проводить индентирование в заданной точке с точностью в несколько микрометров, что особенно важно при исследованиях материалов с неоднородной структурой.

### 4. МЕТОДИКА И РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА

Измерения проводились на образцах объемно-армированного углерод-углеродного композиционного материала, предоставленного «ОАО Композит». Материал представляет собой трехмерную структуру, составленную из углеродных стержней (рис. 4), каждый стержень имеет примерный диаметр 0,7–0,8 мм и, в свою очередь, состоит из множества филаментов (нитей) диаметром около 6 мкм. Трехмерный каркас заполнен углеродным наполнителем (пекон).

Таблица 1. Основные характеристики микро-нанотвердомера «Константа-МНТ»

Диапазон прикладываемой нагрузки	100 мкН... 1Н	
Разрешение по нагрузке	10 мкН	
Диапазон перемещения индентора (макс.)	50 (100) мкм	
Разрешение перемещения индентора	1 нм	
Диапазон измерения твердости	1... 60 ГПа (100... 6000 HV)	
Диапазон измерения модуля упругости	10... 1000 ГПа	
Размер исследуемых образцов (не более)	50×50×30 мм	
Диапазон перемещения предметного столика	50×50 мм	
Шаг перемещения предметного столика	1 мкм	
Оптический микроскоп	Поле зрения:	1,2×1,6 ÷ ≈ 0,18×0,24
	Оптическое разрешение:	5 мкм
	Цифровая камера:	5 МПиксел
Габариты (Ш×Г×В)	350×300×270 мм	
Масса	21 кг	

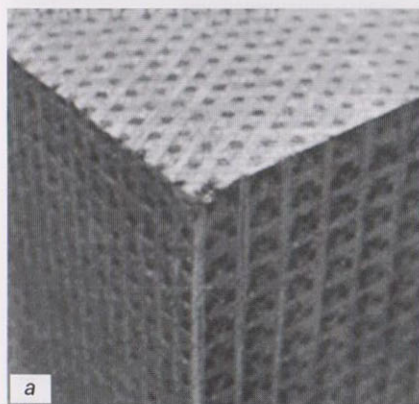


Рис. 4. Структура объемно-армированного углерод-углеродного композиционного материала: а — фотография образца, б — схематическое изображение укладки волокон

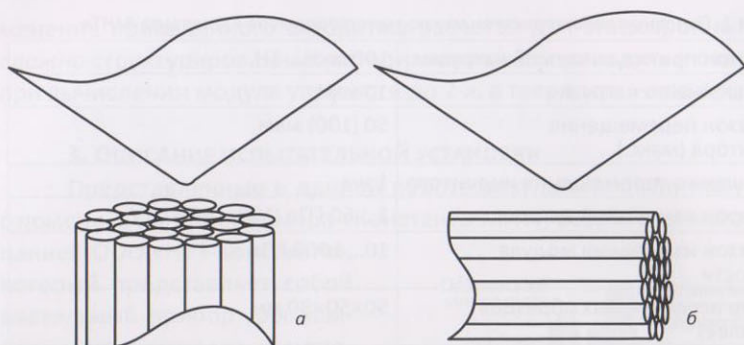


Рис. 5. Схематическое изображение процесса индентирования в торце (а) и продольную поверхность углеволоконного стержня (б)

Подготовка образцов осуществлялась в НТЦ «Эталон». Образцы были подготовлены таким образом, чтобы на поверхности шлифа располагались поперечные (торцовые) срезы и продольные (боковые) поверхности волокон. Индентирование проводилось в соответствующие области так, как схематично представлено на рис. 5, а также в пек. На рис. 6 представлена фотография области поверхности среза материала, в которую проводилось индентирование.



Рис. 6. Снимок областей, в которые проводилось индентирование. Область 1 — матрица (пек), область 2 — продольный срез стержня, область 3 — торцовый срез стержня.

На боковой поверхности и торцовом срезе хорошо видны филаменты, из которых состоят стержни.

Проведенные измерения показали, что исследуемые области отличаются по виду измеренных кривых (рис. 7) и, следовательно, характеру деформации. Можно утверждать, что во всех трех исследуемых областях происходило практически полное восстановление отпечатка, т. к. кривая разгрузки возвращается в начальную точку кривой нагрузки. Для области 1 — матрицы (пека) — характерно существенное «запаздывание» кривой разгрузки (рис. 7а), связанное, по-видимому, с большим внутренним трением материала. Напротив, кривые нагрузки и разгрузки, измеренные на торце волокна (рис. 7б),

почти полностью совпадают, что говорит об абсолютно упругом характере деформации. При индентировании в боковую поверхность волокон вид кривых близок к кривым на торце волокна, но при значительных нагрузках (более 200 мН) наблюдаются изломы кривых, связанные с хрупким разрушением отдельных филаментов (рис. 7в). Полученные данные позволили рассчитать значения механических параметров, приведенные в табл. 2.

При индентировании в торец стержня индентором Берковича неизбежно происходит «раздвигание» филаментов под острой вершиной индентора, что может влиять на полученные данные. Для устранения этого эффекта было предложено использовать индентор с плоской вершиной. Такие эксперименты ведутся в настоящее время.

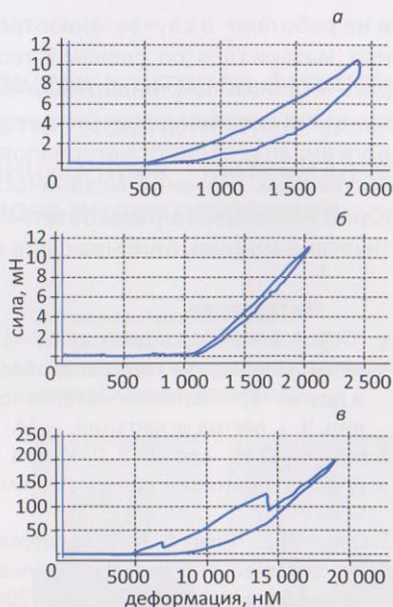


Рис. 7. Кривые сила-деформация: а — при индентировании в матрицу; б — в торец стержня; в — индентирование в продольный срез стержня

Табл. 2. Значения твердости и модуля упругости различных областей исследуемого образца, измеренные при нагрузке 10 мН

Область	H (ГПа)	E (ГПа)
1 — пек	0,39	5,6
2 — продольный срез стержня	0,9	13
3 — торцовый срез стержня	3,0	12

## Выводы

Метод инструментального индентирования может быть эффективным средством контроля локальных механических параметров многомерных углеродных композиционных материалов. Однако необходимо учитывать, что существующие аналитические модели построены для индентирования в однородное полупространство



и не работают в случае анизотропных материалов и композиционных материалов со сложной геометрической структурой. Поэтому рассчитанные по стандартным моделям численные значения механических величин могут быть использованы только для сравнительного анализа свойств материалов. Для получения достоверных количественных значений механических свойств (в частности — модуля Юнга) необходимо разработать аналитические и расчетные математические модели, описывающие исследуемые структуры.

### ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ Р 8.748–2011 (ИСО 14577–1:2002). Государственная система обеспечения единства измерений. Металлы и сплавы. Измерение твердости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании. Ч. 1. Метод испытаний. — М.: Стандартинформ, 2013. — 24 с.
2. Бульчев С. И., Алехин В. П. Метод кинетической твердости и микротвердости в испытании вдавливанием индентора. — Завод. лаб. 1987. № 11. С. 76–79.
3. Oliver W. C., Pharr G. M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. — J. Materials Res. 2004. V. 19. No. 1. P. 3–20.
4. ISO 14577–1:2002, ISO 14577–2:2002, ISO 14577–3:2002. Metallic materials — Instrumented indentation test for hardness and materials parameters.
5. ASTM E2546–07. Standard Practice for Instrumented Indentation Testing. — ASTM, 2007. — 23 p.
6. Sneddon I. N. The relaxation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile. — Int. J. Engng. Sci. 1965. V. 3. P. 47–57.
7. Hertz H. On the contact of firm elastic bodies. — J. Reine Angewandte Mathematik. 1882. V. 92. P. 156–171.
8. Гоголинский К. В., Сясько В. А. Методы и средства контроля механических свойств микро- и нанометровых покрытий и модифицированных приповерхностных слоев. — В мире НК. 2013. № 3 (61). С. 43–48.