

**Приборостроение, метрология
и информационно-измерительные
комплексы и системы**

Приборы и методы измерения

Гоголинский К.В., доктор технических наук, научный консультант ООО «КОНСТАНТА»

Шипша В.Г., кандидат технических наук, ведущий научный сотрудник Научно-исследовательского центра технологий контроля качества ракетно-космической техники

Сясько В.А., доктор технических наук, профессор

Уманский А.С., аспирант (Санкт-Петербургский горный университет)

Васильев В.А., начальник лаборатории РЭА ООО «Алтек-Прибор»

**ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА ИНСТРУМЕНТАЛЬНОГО ИНДЕНТИРОВАНИЯ
ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ УПРУГИХ ХАРАКТЕРИСТИК АРМИРУЮЩИХ
КОМПОНЕНТОВ ПРОСТРАНСТВЕННО-АРМИРОВАННЫХ
УГЛЕРОД-УГЛЕРОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ**

В статье рассмотрены проблемы определения модуля упругости стержней пространственно-армированных УУКМ. На основании результатов экспериментов предложена и опробована методика определения продольного модуля упругости методом инструментального индентирования с применением индентора с плоской вершиной.

Ключевые слова: *инструментальное индентирование, механические свойства, модуль упругости, УУКМ.*

Gogolinskiy K.V.

Shipsha V.G.

Syasko V.A.

Umanskiy A.S.

Vasiliev V.A.

**APPLIANCE OF INSTRUMENTED INDENTATION METHOD FOR ELASTIC
BEHAVIOR DETERMINATION OF OF 3D CARBON-CARBON COMPOSITE
REINFORCING COMPONENTS**

This article deals with elasticity modulus determination of 3D carbon-carbon composites. Based on results of experimental data new procedure of elasticity modulus determination by instrumented indentation method with flat punch indenter were proposed and tested.

Keywords: *instrumented indentation, mechanical properties, elasticity modulus, 3D carbon-carbon composites.*



Рис. 1. Вид дефектов на поперечном шлифе стержня УУКМ (X200) [5]

Введение

В последние годы в ракетно-космической отрасли, авиации, энергетике широко применяются пространственно-армированные (с тремя и четырьмя осями армирования) углерод-углеродные композиционные материалы (УУКМ), представляющие собой каркас из углеродных стержней, совмещенный с углеродной матрицей.

Особенностью УУКМ является то, что при их проектировании и прочностных расчетах используются характеристики упругих свойств (в частности, модуль упругости) компонентов [1], значения которых определяются либо косвенными методами, либо путем верификации расчетных моделей на экспериментальных данных. Для подтверждения соответствия механических характеристик компонентов (стержней) УУКМ в готовых изделиях требованиям конструкторской документации необходимо определять эти характеристики методами неразрушающего контроля.

Особенности структуры УУКМ с армированием по четырем осям

Структура рассматриваемых УУКМ представляет собой гетерофазную систему, состоящую из армирующих стержней и углеродной матрицы. Стержни имеют диаметром порядка $0,5 \div 0,7$ мм, и состоят из углеродных волокон (филаментов) диаметром около 6 мкм.

Матрица УУКМ связывает армирующие стержни и перераспределяет нагрузку между ними, обеспечивая их совместную работу. В рассматриваемых УУКМ матрица представляет собой углеродный кокс.

В структуре стержней УУКМ неизбежно присутствует ряд дефектов: трещины с раскрытием 10–20 мкм; протяженные несплошности, заполненные коксом; трещины на границе «стержень–матрица»; поры и др., Указанные дефекты, представленные на рис. 1 [2], оказывают существенное влияние на физико-механические свойства стержней в составе УУКМ. Сами стержни представляют собой анизотропную структуру.

Упругие свойства УУКМ зависят от четырех характеристик: продольного E_{11} и поперечного E_{12} модулей упругости, модуля продольного сдвига G_{12} стержней и модуля упругости E_m матрицы [1].

Так как стержни интегрированы в структуру УУКМ и связаны с матрицей, то определение их модуля упругости вне материала не является корректным. Поэтому необходимо определять указанный модуль стержней непосредственно в УУКМ, что является возможным в случае применения метода инструментального индентирования (ИИ).

В настоящей работе приведены результаты исследований по определению модуля упругости при индентировании E_{IT} стержней УУКМ методом ИИ в микродиапазоне нагрузок.

Методика исследований

Основные принципы метода ИИ изложены в работе Оливера и Фарра [3] и закреплены в международных и национальных стандартах [4–6].

Применяемый в стандартизованном методе инструментального индентирования алгоритм расчета твердости и модуля упругости основан на математическом решении для случая индентирования в однородное полупространство [7]. Однако, упруго-пластические деформации при индентировании в торцевой срез стержней, в масштабе исследуемой области, не соотносятся с данной моделью. Описанные ранее дефекты (поры и трещины) и особенности структуры стержней УУКМ (пространственная анизотропия) не позволяют напрямую использовать общепринятый подход для определения модуля упругости при индентировании E_{IT} и твердости индентирования.

Для уменьшения влияния структурной неоднородности и дефектности стержней, а также реализации более корректной с точки зрения решаемой задачи схемы нагружения при инструментальном индентировании предложено использовать плоский индентор в виде усеченного конуса с диаметром контактирующей поверхности 100 мкм [8]. В этом случае участок индентирования испытывает в основном сжимающие напряжения, и при используемых нагрузках (до 1,5 Н) деформация является упругой, что подтверждается отсутствием на исследуемой поверхности видимого отпечатка. К тому же, применение индентора с плоской вершиной позволит исключить поправочные коэффициенты в расчетной модели, связанные с функцией формы индентора и уменьшить тем самым неопределенность результатов измерений [9].

Для расчета значений модуля упругости может быть использована формула [3]:

$$E_r = \frac{P}{2ah}, \quad (1)$$

где P – нагрузка, прикладываемая к индентору, a – это радиус индентора на глубине индентирования h . Эта формула применима для расчета при индентировании плоским цилиндрическим индентором, для которого значение радиуса a от глубины индентирования h является постоянным [10].

Определение упругих характеристик стержней УУКМ методом инструментального индентирования плоским индентором

Для экспериментального подтверждения возможности применения плоского индентора для определения модуля E_{IT} методом ИИ применялся микро-нанотвердомер МНТ-КМ [11]. Значения модуля упругости E_{IT} рассчитывались по формуле (1).

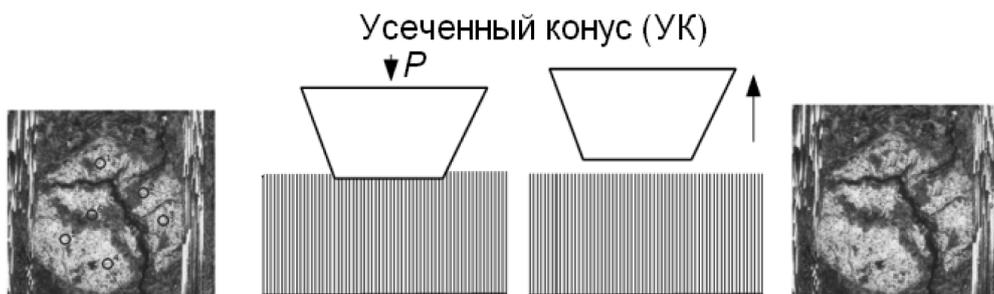


Рис. 2. Схема индентирования стержня УУКМ усеченным конусом [9]

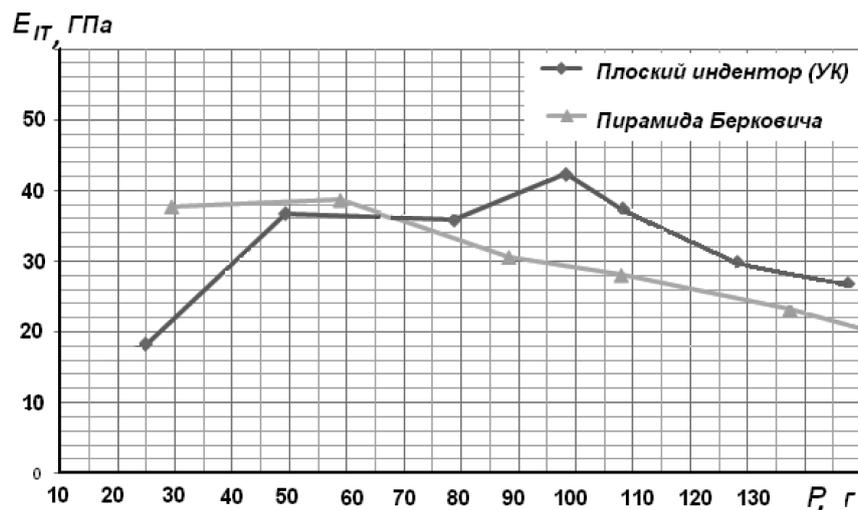


Рис. 3. Зависимости измеренных значений $E_{ИТ}$ от нагрузки P при индентировании пирамидой Берковича и плоским индентором (УК) в торец стержня (ось Z) УУКМ

В качестве индентора был использован усеченный конус с углом 110° и диаметром плоской окружности ~ 100 мкм. Индентирования проводились в торцевой срез стержня оси, z образцов УУКМ.

Технологии вырезки образцов с учетом обеспечения ориентации стержней осями x_1, x_2, x_3 и z перпендикулярно плоскости шлифа, а также подготовки шлифов (шлифовка и полировка) изложены в [2].

Индентирования проводились нагрузками 25, 50, 80, 98, 108, 128, 147 г. В торцы разных стержней оси Z было проведено по 10 индентирований для каждого значения нагрузки. Исследование поверхности торцов стержней (при увеличении $\times 500$) после индентирования усеченным конусом не выявило признаков отпечатка, что подтверждает упругий характер деформирования в рассмотренном диапазоне нагрузок (рис. 2).

По результатам измерений была построена зависимость измеренных с помощью плоского индентора значений модуля упругости $E_{ИТ}$ от прикладываемой нагрузки P (рис. 3). Для сравнения на рисунке приведены также результаты, полученные с применением индентора Берковича.

Из приведенной зависимости следует, что измеряемые с помощью плоского индентора значения модуля упругости постепенно увеличивается до величины нагрузки $P = 100$ г, что связано, по-видимому, с уплотнением филаментов в области воздействия индентора. Дальнейшее увеличение прикладываемой нагрузки ведет к незначительному уменьшению значений модуля упругости стержней, связанное, по-видимому, с влиянием на результат измерений упругих свойств матрицы при увеличении зоны деформации под индентором.

Таким образом, предложенная методика позволяет измерять непосредственно в структуре УУКМ упругие свойства отдельно армирующего стержня при $P < 100$ г, а при $P > 100$ г – упругую реакцию стержня во взаимодействии с матрицей. Полученные результаты позволяют рекомендовать предложенную методику для технологического и выходного контроля качества изделий из УУКМ.

Выводы

В ходе данной работы была экспериментально подтверждена возможность и целесообразность применения плоского индентора в форме усеченного конуса для определения модуля упругости при индентировании стержней УУКМ, а также исследована методика измерения продольного модуля упругости стержней УУКМ методом инструментального индентирования с применением индентора с плоской вершиной.

Полученные результаты показали, что использование плоского индентора (диаметром порядка 100 мкм) позволяет реализовать в основном упругую сжимающую деформацию в зоне индентирования, учесть структурную неоднородность и дефектность стержней и получать за счет этого физически обоснованные значения модуля упругости стержней УУКМ, а также определять характер взаимодействия стержней с матрицей.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Магнитский И.В.* О численном моделировании упругих свойств объемно армированных композиционных материалов. / Новые технологии. – В кн.: Материалы X Всеросс. конф. Т. 2. – М.: РАН, 2013. – С. 21–32.
2. *Шитша В.Г.* и др. Особенности неразрушающего контроля физико-механических характеристик компонентов УУКМ методом инструментального индентирования. // Сборник трудов 1-й дистанционной научно-технической конференции НККМ-2014 «Приборы и методы неразрушающего контроля качества изделий и конструкций из композиционных и неоднородных материалов». – СПб.: Свен, 2015. – С. 77–86.
3. *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, Vol. 7, No. 6. – Pp. 1564–1583.
4. ISO 14577-1:2015 Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters. – Part 1 – Part 4.
5. ГОСТ Р 8.748-2011 (ИСО 14577-1:2002) ГСИ. Металлы и сплавы. Измерение твердости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании. Часть 1. Метод испытаний.
6. ГОСТ Р 8.904-2015 ГСИ. Металлы и сплавы. Измерение твердости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании. Часть 2. Проверка и калибровка твердомеров.
7. *Harding J.W., Sneddon I.N.* The elastic stresses produced by the indentation of the plane of a semi-infinite elastic solid. – Proc. Cambridge Philos. Soc., 1945, No. 41. – Pp. 16–26.
8. *Потапов А.И., Гоголинский К.В., Уманский А.С.* Новые возможности измерения локальных механических характеристик композиционных материалов методом инструментального индентирования. // Сборник трудов 1-й дистанционной научно-технической конференции НККМ-2014 «Приборы и методы неразрушающего контроля качества изделий и конструкций из композиционных и неоднородных материалов». – СПб.: Свен, 2015. – С. 68–76.
9. *Гоголинский К.В., Кондратьев А.В., Потапов А.И., Сясько В.А., Уманский А.С.* Методические и метрологические аспекты измерения механических свойств материалов методом инструментального индентирования. – Контроль. Диагностика, 2016, № 8. – С. 16–21.
10. *Fischer-Cripps A.C.* Nanoindentation. – Springer Science+Business Media, LLC, 2011. – P. 107.
11. Constanta [Электронный ресурс] // URL: http://constanta.ru/catalog/oborudovanie_dlya_mikro_nano_mekhanicheskikh_izmereniy_i_ispytaniy/mikro_nanotverdomer_s_funktsiey_skretch_testirovaniya/ (дата обращения: 12.01.2018).