

ОЦЕНКА ПАРАМЕТРОВ УРАВНЕНИЯ УПРУГОПЛАСТИЧЕСКОГО СОСТОЯНИЯ МАТЕРИАЛА ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ИНСТРУМЕНТАЛЬНОГО ИНДЕНТИРОВАНИЯ**Е.В. Гладких, А.А. Гусев, И.И. Маслеников, В.Н. Решетов, А.С. Усеинов**

Екатерина Владимировна Гладких, Владимир Николаевич Решетов

Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов, ул. Центральная, 7а, Троицк, Москва, Российская Федерация, 108840

Московский физико-технический институт, Институтский пер., 9, Долгопрудный, Московская обл., Российская Федерация, 141701

Алексей Андреевич Гусев, Игорь Игоревич Маслеников, Алексей Серверович Усеинов*

Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов, ул. Центральная, 7а, Троицк, Москва, Российская Федерация, 108840

E-mail: useinov@mail.ru *

В данной работе обсуждается возможность определения коэффициентов уравнения состояния, описывающего упругопластическое поведение изучаемого материала, путем сопоставления экспериментальных данных с модельными расчетами. Примененный метод инструментального индентирования при использовании дополнительных методик позволяет получить не только значения твердости и модуля упругости, но и дополнительную информацию о зависимости этих величин от глубины погружения индентора, а также о вязкоупругих свойствах тестируемого материала. Исследование производилось с помощью модернизированного нанотвердомера НаноСкан-4D, оснащенного сапфировым сферическим индентором. Форма индентора была получена при помощи сканирования атомно-силовым микроскопом. Работа с минимальными нагрузками и максимальным латеральным разрешением, которые требуются для исследования структурированных материалов, возможна при использовании наноиндентационного модуля НаноСкан-4D и индентора с радиусом кривизны менее 20 мкм. Представлены результаты измерения для сферического индентора при исследовании материалов с различными типами химических связей. Помимо образцов металлов (сталь, алюминий, алюминиевые сплавы D16 и AMg6), измерялись образцы поликарбоната и плавленого кварца. Полученные данные указывают на линейный характер кривой сигма-эпсилон для исследованных материалов. На основе анализа полученных данных делается вывод о перспективности такого рода исследований и информативности результатов инструментального индентирования в плане получения информации о параметрах упругопластического поведения тестируемого материала. Важным направлением дальнейших исследований, расширяющих возможности получения дополнительной информации о упругопластических свойствах, является разработка методики получения достоверной информации о диаграмме сигма-эпсилон при индентировании кристаллических материалов инденторами с разными углами при вершине.

Ключевые слова: упругопластическая деформация, упрочнение при деформации, уравнение упругопластического состояния, индентирование

Для цитирования:

Гладких Е.В., Гусев А.А., Маслеников И.И., Решетов В.Н., Усеинов А.С. Оценка параметров уравнения упругопластического состояния материала по результатам инструментального индентирования. *Изв. вузов. Химия и хим. технология.* 2021. Т. 64. Вып. 12. С. 28–33

For citation:

Gladkikh E.V., Gusev A.A., Maslennikov I.I., Reshetov V.N., Useinov A.S. Estimation of the equation parameters of the elastoplastic state of the material by the results of instrumental indenting. *ChemChemTech [Izv. Vyssh. Uchebn. Zaved. Khim. Khim. Tekhnol.]*. 2021. V. 64. N 12. P. 28–33

ESTIMATION OF THE EQUATION PARAMETERS OF THE ELASTOPLASTIC STATE OF THE MATERIAL BY THE RESULTS OF INSTRUMENTAL INDENTING

E.V. Gladkikh, A.A. Gusev, I.I. Maslenikov, V.N. Reshetov, A.S. Useinov

Ekaterina V. Gladkikh, Vladimir N. Reshetov

Technological Institute for Superhard and Novel Carbon Materials, Tsentralnaya st., 7a, Troitsk, Moscow, 108840, Russia

Moscow Institute of Physics and Technology (National Research University), Institutskiy Per., 9, Dolgoprudny, Moscow Region, 141701, Russia

Aleksey A. Gusev, Igor I. Maslenikov, Aleksey S. Useinov*

Technological Institute for Superhard and Novel Carbon Materials, Tsentralnaya st., 7a, Troitsk, Moscow, 108840, Russia

E-mail: useinov@mail.ru *

This paper discusses the possibility of determining the coefficients of the equation of state describing the elastoplastic behavior of the material under study by comparing experimental data with model calculations. The applied method of instrumental indentation, by introducing additional techniques, allows one to obtain not only hardness and elastic modulus, but also additional information about the dependence of these values on the immersion depth of the indenter, as well as about the viscoelastic properties of the test material. The study was carried out using an upgraded NanoScan-4D nanohardness tester equipped with a sapphire spherical indenter. The shape of the indenter was obtained by scanning with an atomic force microscope. The need to work with minimal loads and maximum lateral resolution, which is required for studying structured materials, led to the need to use the NanoScan-4D nanoindentation module and an indenter with a radius of curvature less than 20 μm . The results of measurements for a spherical indenter in the study of materials with various types of chemical bonds are presented. In addition to metal samples (steel, aluminum, aluminum alloys D16 and AMg6), polycarbonate and fused silica samples were measured. The data obtained indicate the linear character of the sigma-epsilon curve for the studied materials. Based on the analysis of the data obtained, it is concluded that this kind of research is promising and that the results of instrumental indentation are informative in terms of obtaining information on the parameters of the elastoplastic behavior of the test material. An important direction of further research, expanding the possibilities of obtaining additional information on elastoplastic properties, is the development of a technique for obtaining reliable information on the sigma-epsilon diagram when indenting crystalline materials with indenters with different apex angles.

Key words: elastoplastic deformation, strain hardening, elastoplastic state equation, indentation

ВВЕДЕНИЕ

Прочностные свойства материалов определяют возможность их применения в качестве конструкционных материалов при заданных внешних условиях. Необходимо учитывать особенности механизмов разрушения для разного типа материалов – хрупких и пластичных. Наиболее разработанным неразрушающим способом извлечения информации об особенностях упругопластического поведения материала является метод восстановления диаграммы напряжение-деформация, использующий данные инструментального индентирования образца сферическим наконечником [1, 2].

Такая возможность неразрушающего контроля диаграммы нагрузка – пластическая деформация является мощным методом исследования

механических свойств функционирующих механизмов и конструкций. Исторически, одной из наиболее ранних работ, в которых появляются уравнения, позволяющие вычислить пару напряжение (σ) – пластическая деформация (ϵ), является работа Tabor [3, 4]. В ней было показано, что данные величины могут быть связаны с диаметрами отпечатка d и индентирующего тела D при помощи соотношений:

$$\epsilon_p = 0.2d / D, \quad (1)$$

$$\sigma = F / (3A), \quad (2)$$

где F и A – максимальное значение силы и площадь остаточного отпечатка. Предполагалось, что уравнение (1) определяет деформацию на краю контактной области. В приближении упругого иде-

ально пластического материала уравнение (2) отражает известный факт – твердость материала примерно в три раза превышает его предел текучести. Данная модель была использована для случая формы индентора типа угол куба в исследовании [5].

Уравнения (1) и (2) не являются точными. Методом конечных элементов [6, 7] было показано, что пластическая деформация, определяемая из уравнения (1), не соответствует расчетной величине на границе контакта. Вместе с тем, пара формул (1) и (2) лежит в основе метода АБИ (Automated Ball Indentation) [8, 9], являющегося одним из наиболее распространенных методов неразрушающего контроля упруго-пластических свойств металлов. Метод АБИ, автором которого является Haggag, входит в группу методов инструментального индентирования, то есть предполагает использование диаграммы нагрузка-углубление, полученной в процессе внедрения наконечника. Из этой диаграммы в методе АБИ с использованием модели Герца вычисляют пластический диаметр, который и используют для дальнейших вычислений в качестве параметра d . При этом эффекты навалов (pile-up) и провалов (sink-in) игнорируются. Метод использует уравнение (2) в несколько измененном виде: численный множитель «3» заменяется на функцию ψ , которая принимает значения от 1,12 до $2,87\alpha_m$ по мере развития пластической деформации, то есть увеличения глубины погружения сферического индентора. Коэффициент α_m зависит от тестируемого материала. Можно отметить, что пластическая деформация довольно быстро выходит на поверхность при индентировании на глубину, равную радиусу наконечника, для большинства материалов практически во всем диапазоне углублений функция ψ является постоянной величиной, что фактически сводит модифицированный метод к уравнениям (1) и (2). Еще одной особенностью метода АБИ является учет деформаций Людерса ε_L , производимый на основе эмпирического соотношения, связывающего данную величину с коэффициентом и показателем упрочнения K и n .

Дальнейшее развитие метода привело к введению коэффициента c [10], учитывающего влияние навалов согласно следующему соотношению:

$$c^2 = a^2 / (Dh_t) = h_{ps} / h_p, \quad (3)$$

символами a , h_t и h_{ps} обозначены: фактический радиус контакта, полная глубина и глубина с учетом навалов. Предполагалось, что параметр c является функцией коэффициента упрочнения n . В работе [11] функция $c(n)$ была использована как для учета

влияния навалов, так и провалов. Затем было указано, что эффекты навалов и провалов зависят от отношения модуля Юнга к пределу текучести E/σ_0 , а также от отношения максимальной глубины к радиусу индентирования. В работе [12] для получения аналитической зависимости, учитывающей данные параметры, было предложено рассматривать эффекты навалов и провалов отдельно. Было показано, что отношение глубины с учетом навалов h_{pile}^* к контактной глубине h_c^* может быть определено при помощи зависимости вида:

$$\frac{h_{pile}^*}{h_c^*} = f_1(n) \cdot f_2(h_{max} / R), \quad (4)$$

где функции f_1 и f_2 представляют полиномиальные зависимости. Было показано, что упругий прогиб h_d , являющийся функцией параметра E/σ_0 , хорошо описывается известным из метода Оливера-Фара уравнением $h_d = \omega F_{max}/S$, где S – наклон разгрузочной кривой зависимости $F-h$ на ее начальном участке, а параметр ω зависит от геометрии используемого наконечника ($\omega = 0,5$ для параболоида вращения, аппроксимирующего сферу). Предложенные подходы позволили создать итерационный метод [6], разработанный на основе численного моделирования. В соответствии с представленными выше выводами, уравнения (1) и (2) приобрели вид:

$$\varepsilon_p = b_y n^{-j} (h_t / D)^i, \quad (5)$$

$$\sigma = F / (D^2 f_i^\psi(n) \cdot (h_t / D)^i). \quad (6)$$

В указанных уравнениях повторяющийся индекс подразумевает суммирование, причем индекс i пробегает значения от 0 до 3, индекс j – от 0 до 4. Отдельным параметром, влияющим на применимость уравнений (5) и (6), является коэффициент трения между индентором и образцом [13]. В работе [6] для получения пар ε_p , σ была выбрана точка, находящаяся на глубине, равной 10% от диаметра индентора; в данной области влияние трения оказалось практически отсутствующим, однако данный факт был продемонстрирован только до глубин $h/D < 6\%$. Указанное значение параметра, равное 6%, является пограничным. В работе [14] было показано, что для материалов с различным характером зависимостей $\sigma-\varepsilon_p$ индентирование до значений $h/D < 6\%$ может приводить к одинаковым кривым $F-h$, что фактически указывает на невозможность применения итерационного алгоритма для получения кривой $\sigma-\varepsilon_p$ из данной зависимости. Для устранения данного недостатка в работе [14] был разработан алгоритм для получения зависимости $\sigma-\varepsilon_p$ при индентировании вплоть до

глубин $h/D = 20\%$. Новая пространственная точка для получения пары ε_p, σ находилась на глубине, равной 30% от диаметра индентора. Естественным следствием рассмотрения таких углублений является необходимость учета деформации индентора, что приводит к возникновению дополнительного параметра: отношения модуля упругости материала E к модулю упругости индентора E_I .

$$\varepsilon_p = f_i^\varepsilon(\varepsilon_0, n, E/E_I)(h_i/D)^i, \quad (7)$$

$$\sigma = F/(D^2 f_i^\sigma(\varepsilon_0, n, E/E_I)). \quad (8)$$

Работы корейских авторов создали научную основу для разработки приборов Frontics, так, например, уравнение (4) с соответствующими коэффициентами вошло в формулу изобретения для приборов, являющихся прямыми конкурентами приборов АТС, использующих методику АВІ [15]. Рассмотренные подходы показали свою эффективность при мониторинге технического состояния разного рода металлических изделий [16, 17] и конструкций, включая трубопроводы и элементы АЭС. Данные подходы к изучению кристаллических материалов с ковалентными химическими связями пока не так сильно распространены и поэтому представляют большой интерес. Обычные разрывные машины далеко не всегда применимы для хрупких и гетерогенных материалов, и методы инструментального индентирования могут оказаться полезными при исследовании таких твердых, но хрупких материалов [18].

ОПИСАНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТА И РЕЗУЛЬТАТЫ

Для адаптации данного метода на материалы, существенно отличающиеся по своим механическим свойствам от металлов, был разработан измерительный стенд на основе серийного прибора НаноСкан 4D [19]. Пример оптического изображения типичного отпечатка представлен на рис. 1. Для проведения измерений методом АВІ использовался сферический индентор из сапфира.

Оптическое и атомно-силовое изображение индентора представлены на рис. 2.

Внешний вид множественного укола сферическим индентором существенно отличается от такового, получаемого с использованием пирамиды Берковича. Типичный пример исходных данных представлен на рис. 3.

Использование наноиндентационного модуля НаноСкан-4D и индентора с радиусом кривизны менее 20 мкм было обусловлено необходимостью работы с минимальными нагрузками и максимальным латеральным разрешением, что особенно важно для структурированных материалов.

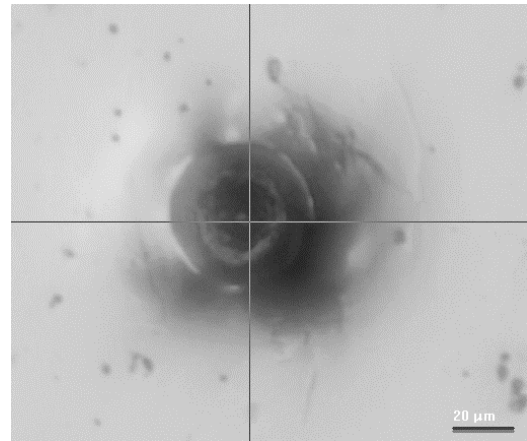


Рис. 1. Микрофотография оставленного в ходе множественного укола отпечатка

Fig. 1. Micrograph of the indent left in the course of a multiple indentation

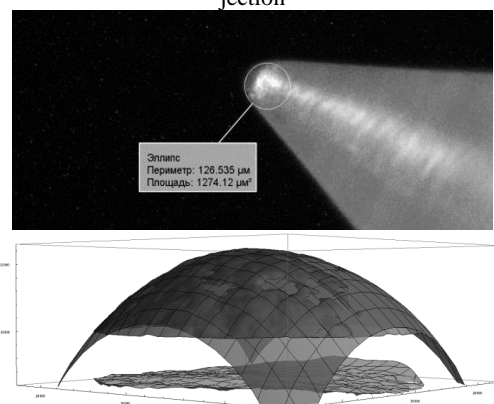


Рис. 2. Внешний вид и форма поверхности используемого сапфирового индентора

Fig. 2. The appearance and shape of the surface of the used sapphire indenter

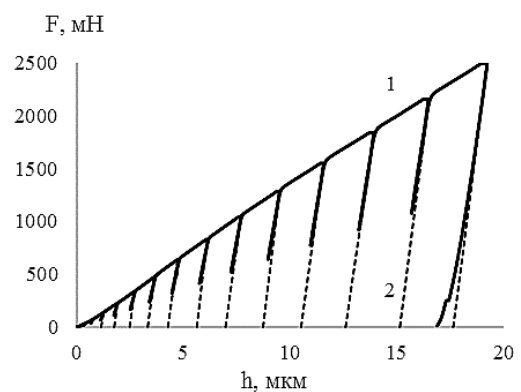


Рис. 3. Пример кривой множественного индентирования с частичной разгрузкой (1) и аппроксимирующих зависимостей (2), используемых для расчета диаграммы сигма-эпсилон

Fig. 3. An example of a partial unloading multiple indentation curve (1) and approximating relationships (2) used to calculate a sigma-epsilon diagram

На рис. 4 представлены результаты расчета диаграммы сигма-эпсилон для исследованного ряда гомогенных материалов. Расчет произведен

на основании данных, полученных в ходе множественного укола с частичным разгрузением сферическим индентором.

Выбранный диапазон нагрузок и диаметр индентора позволили получить зависимость сигма-эпсилон для такого материала, как плавленный кварц. Для исследования более твердых материалов необходим алмазный сферический индентор. Распространению данного метода на твердые и сверхтвердые материалы препятствуют их растрескивание при глубинах индентирования, сопоставимых с радиусом индентора, и разрушение сферического индентора. Одним из возможных путей преодоления этого фактора может быть использование инденторов пирамидальной формы с различными углами при вершине. Пример такого рода исследований можно найти в работе [20].

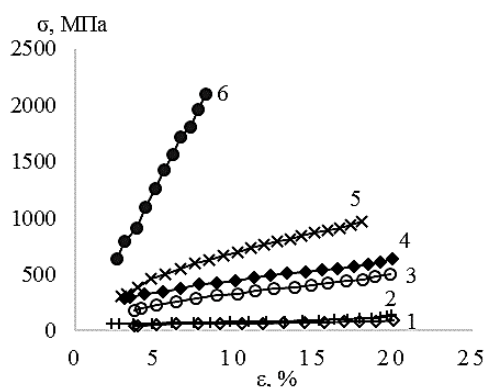


Рис. 4. Диаграммы сигма-эпсилон, полученные методом множественного индентирования с частичной разгрузкой: 1 – поликарбонат, 2 – алюминий 99,9%, 3 – алюминиевый сплав АМг6, 4 – алюминиевый сплав D16, 5 – сталь, 6 – плавленный кварц
Fig. 4. Sigma-epsilon diagrams obtained by the method of multiple indentation with partial unloading: 1 - polycarbonate, 2 - aluminum 99,9%, 3 - aluminum alloy AMg6, 4 - aluminum alloy D16, 5 - steel, 6 - fused quartz

ВЫВОДЫ

Представленные результаты и анализ публикаций указывают на возможность получения информации об упругопластических свойствах исследуемого материала путем осуществления инструментального индентирования сферическим наконечником или рядом конических инденторов, имеющих различный угол при вершине. Данный подход является информативным и позволяет путем сопоставления данных эксперимента с результатами численных расчетов оценить коэффициенты, входящие в уравнения состояния материала при сложном упругопластическом воздействии индентора на тестируемый материал.

При этом в силу многопараметричности задачи о внедрении индентора в материал для кор-

ректной интерпретации экспериментальных данных необходима дополнительная информация о характере упрочнения, контактном трении и изменении плотности при интенсивной пластической деформации, полученная отличным от инструментального индентирования методом.

Исследование выполнено при финансовой поддержке гранта Российского научного фонда (проект № 20-12-00097).

Исследование выполнено с использованием оборудования Центра коллективного пользования ФГБНУ ТИСНУМ «Исследования наноструктурных, углеродных и сверхтвердых материалов».

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов, требующего раскрытия в данной статье.

The study was supported by a grant from the Russian Science Foundation (project No. 20-12-00097).

The study was carried out using the equipment of the Center for Collective Use of the Federal State Budgetary Scientific Institution TISNUM “Research of nanostructured, carbon and superhard materials”.

The authors declare the absence a conflict of interest warranting disclosure in this article.

ЛИТЕРАТУРА REFERENCES

1. **Hyun H.C., Lee J.H., Kim M., Lee H.** A spherical indentation technique for property evaluation of hyperelastic rubber. *J. Mater. Res.* 2012. V. 27. N 20. P. 2677–2690. DOI: 10.1557/jmr.2012.241.
2. **Phadikar J.K., Bogetti T.A., Karlsson A.M.** On establishing elastic-plastic properties of a sphere by indentation testing. *Int. J. Solids Struct.* 2012. V. 49. N 14. P. 1961–1972. DOI: 10.1016/j.ijsolstr.2012.04.001.
3. **Park S.-J., Seo M.-K.** Solid-Solid Interfaces. *Interface Sci. Technol.* 2011. V. 18. P. 253–331. DOI: 10.1016/B978-0-12-375049-5.00004-9.
4. **Zhang Y.** Transitions between different contact models. *J. Adhes. Sci. Technol.* 2008. V. 22. N 7. P. 699–715. DOI: 10.1163/156856108X309648.
5. **Ghosh A., Arreguin-Zavala J., Aydin H., Goldbaum D., Chromik R., Brochu M.** Investigating cube-corner indentation hardness and strength relationship under quasi-static and dynamic testing regimes. *Mater. Sci. Eng. A.* 2016. V. 677. P. 534–539. DOI: 10.1016/j.msea.2016.08.067.
6. **Lee H., Haeng Lee J., Pharr G.M.** A numerical approach to spherical indentation techniques for material property evaluation. *J. Mech. Phys. Solids.* 2005. V. 53. N 9. DOI: 10.1016/j.jmps.2005.04.007.
7. **Lim D., Lee J.H., Choi Y., Lee H.** A numerical approach to spherical indentation techniques for creep property evaluation. *Trans. Korean Soc. Mech. Eng. A.* 2013. V. 37. N 10. P. 1229–1237. DOI: 10.3795/KSME-A.2013.37.10.1229.
8. **Prakash R.V., Chow S.S.** An evaluation of stress-strain property prediction by Automated Ball Indentation (ABI) testing. *J. Test. Eval.* 2007. V. 35. N 3. P. 221–232. DOI: 10.1520/JTE100180.

9. **Prakash R.V., Dhaka P., Prasad Reddy G.V., Sandhya R.** Understanding the fatigue response of small Vume specimens through novel fatigue test methods – Experimental results and numerical simulation. *Theor. Appl. Fract. Mech.* 2019. V. 103. DOI: 10.1016/j.tafmec.2019.102304.
10. **Moerman K.M., Fereidoonmezahad B., McGarry J.P.** Novel hyperelastic models for large Vumetric deformations. *Int. J. Solids Struct.* 2020. V. 193–194. P. 474–491. DOI: 10.1016/j.ijsolstr.2020.01.019.
11. **Huang L., Zhong J., Chen G., Xu T., Guan K.** Methodology to evaluate strength properties of steel by single instrumented indentation test. *J. Strain Anal. Eng. Des.* 2021. V. 56. N 6. P. 404–416. DOI: 10.1177/030932472111014761.
12. **Kim S.H., Lee B.W., Choi Y., Kwon D.** Quantitative determination of contact depth during spherical indentation of metallic materials - A FEM study. *Mater. Sci. Eng. A.* 2006. V. 415. N 1–2. P. 59–65. DOI: 10.1016/j.msea.2005.08.217.
13. **Li B., Zhang S., Li J., Wang J., Lu S.** Quantitative evaluation of mechanical properties of machined surface layer using automated ball indentation technique. *Mater. Sci. Eng. A.* 2020. V. 773. DOI: 10.1016/j.msea.2019.138717.
14. **Lee J.H., Kim T., Lee H.** A study on robust indentation techniques to evaluate elastic-plastic properties of metals. *Int. J. Solids Struct.* 2010. V. 47. N 5. P. 647–664. DOI: 10.1016/j.ijsolstr.2009.11.003.
15. **Ullner C., Subaric-Leitis A., Bartholmai M.** Uncertainty of elastoplastic material parameters calculated from the spherical indentation in the macro range. *J. Test. Eval.* 2021. V. 49. N 6. DOI: 10.1520/JTE20200683.
16. **Barbadikar D.R., Ballal A.R., Peshwe D.R., Ganeshkumar J., Laha K., Mathew M.D.** A study on the effect of tempering temperature on tensile properties of P92 steel by automated ball indentation technique. *Proc. Eng.* 2014. V. 86. P. 910–918. DOI: 10.1016/j.proeng.2014.11.113.
17. **Kumar J.G., Vijayanand V.D., Nandagopal M., Laha K.** Evaluation of variation of tensile strength across 316LN stainless steel weld joint using automated ball indentation technique. *Mater. High Temp.* 2015. V. 32. N 6. P. 619–626. DOI: 10.1179/1878641315Y.0000000008.
18. **Wesemann C., Spies B.C., Schaefer D., Adali U., Beuer F., Pieralli S.** Accuracy and its impact on fit of injection molded, milled and additively manufactured occlusal splints. *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* 2021. V. 114. DOI: 10.1016/j.jmbbm.2020.104179.
19. **Гладких Е.В., Кравчук К.С., Усеинов А.С., Никитин А.А., Рогожкин С.В.** Сравнение эффектов упрочнения сталей Eurofer97 и ODS Eurofer, возникающих под действием ионного облучения. *Изв. вузов. Химия и хим. технология.* 2020. Т. 63. Вып. 12. С. 57–62. DOI: 10.6060/ivkkt.20206312.2y.
20. **Гладких Е.В., Кравчук К.С., Усеинов А.С., Никитин А.А., Рогожкин С.В.** Comparison of Hardening Effects of Eurofer97 and ODS Eurofer Steels Under Ion Irradiation. *ChemChemTech [Izv. Vyssh. Uchebn. Zaved. Khim. Khim. Tekhnol.]*. 2020. V. 63. N 12. P. 57–62. DOI: 10.6060/ivkkt.20206312.2y.
20. **Reinhart W.D., Asay J.R., Alexander C.S., Chhabildas L.C., Jensen J.B.** Flow Strength of 6061-T6 Aluminum in the Solid, Mixed Phase, Liquid Regions. *J. Dyn. Behav. Mater.* 2015. V. 1. N 3. P. 275–289. DOI: 10.1007/s40870-015-0030-6.

Поступила в редакцию 04.10.2021

Принята к опубликованию 21.10.2021

Received 04.10.2021

Accepted 21.10.2021