

УДК 620.178.156.5

ПОРТАТИВНЫЙ ПРИБОР ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ ТВЕРДОСТИ МЕТОДОМ ИНСТРУМЕНТАЛЬНОГО ИНДЕНТИРОВАНИЯ

© 2020 г. Е. В. Гладких^{a, b, *}, И. И. Маслеников^b, В. Н. Решетов^c, А. С. Усеинов^b

^aМосковский физико-технический институт, Долгопрудный, Московская область, 141701 Россия

^bТехнологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов, Троицк, Москва, 108840 Россия

^cНациональный исследовательский ядерный университет “МИФИ”, Москва, 115409 Россия

*e-mail: ekat.gladkih@yandex.ru

Поступила в редакцию 15.10.2019 г.

После доработки 25.12.2019 г.

Принята к публикации 27.12.2019 г.

Описан прибор, способный осуществлять измерение твердости материалов методом инструментального индентирования в условиях промышленного производства, а также контроль трубопроводов, мостов, железнодорожного полотна, судовых механизмов и других изделий, эксплуатируемых на открытом воздухе. Ключевыми составными частями прибора являются: элемент, прикладываемый на нагрузку (электромагнитный актюатор), измеритель перемещения (дифференциальный емкостной датчик, установленный на рабочем штоке) и индентор (алмазный наконечник типа пирамиды Берковича с диаметром основания 800 мкм и радиусом острия 100 нм). Максимальное усилие, которое может быть приложено к образцу, составляет 10 Н, а максимальное перемещение индентора при индентировании достигает 150 мкм. Для удобства измерения массивных и тонких образцов конструкция портативного твердомера предусматривает две различные насадки. Основной отличительной особенностью прибора является измерение твердости и модуля Юнга материала в едином рабочем цикле. Проведены испытания прибора на различных материалах: сталях марок 40Х13 и 08Х18Н10Т (в том числе на образцах, прошедших процедуру старения), алюминии, плавленом кварце, поликарбонате, ламинированных древесных панелях. Определены требования к уровню шероховатости тестируемых поверхностей и диапазону нагрузок при осуществлении инструментального индентирования портативным прибором. Значения твердости и модуля упругости хорошо совпадают с данными, полученными с помощью лабораторных твердомеров.

Ключевые слова: алмазный индентор, электромагнитный актюатор, емкостной датчик, полевые условия, модуль упругости, конструкционная сталь, наноиндентирование.

DOI: 10.31857/S1028096020060060

ВВЕДЕНИЕ

Производственная деятельность ставит перед материаловедцами сложные задачи, требуя создания конструкционных материалов с уникальными свойствами [1]. Разработка технологий, направленных на улучшение функциональных характеристик механизмов и конструкций, тесно связана с механическими свойствами используемых материалов. Например, если необходимо уменьшить массу какого-либо конструктивного элемента, сохраняя жесткость изделия, необходим материал с высокой прочностью и большим модулем Юнга. Для большинства конструкционных материалов на основе различных сплавов существует однозначная взаимосвязь между твердостью и прочностью материала [2, 3]. Благодаря этой взаимосвязи очень часто разрушающие испытания на прочность можно заменить неразрушающими испытаниями на твердость.

Развитие материаловедения привело к появлению твердых, прочных и легких материалов. Однако свойства таких материалов часто сильно зависят от технологии их обработки и могут заметно варьироваться от партии к партии [4, 5]. Чтобы отличить хороший материал от плохого, приходится исследовать его механические свойства. Самый простой и надежный способ – измерение свойств с помощью специального оборудования в лабораторных условиях [6]. Однако это не всегда удобно в условиях промышленного производства и просто неосуществимо при работе с оборудованием и механизмами, находящимися в непрерывной эксплуатации. Яркими примерами такого рода изделий являются элементы конструкций АЭС, ТЭС, ГЭС, корабли, самолеты, трубопроводы и мосты.

Механические свойства металлов и сплавов, а также других твердых материалов можно исследовать

довать различными методами, например, методом микроиндентирования [7, 8]. Он основан на вдавлении наконечника известной формы в материал и дальнейшем определении размеров остаточного отпечатка. Такой процесс требует применения специальных устройств, поскольку невозможно вручную приложить нагрузку к наконечнику с требуемой точностью [9].

Первые твердомеры имели только наконечник с актюатором [10]. Значения твердости рассчитывали путем деления приложенной нагрузки на площадь отпечатка, определяемой по оптическому изображению. Современные модели твердомеров оснащены не только микроскопами, но и атомно-силовыми микроскопами для измерения геометрии гораздо меньших отпечатков [11]. Метод, разработанный Оливером и Фарром, исключил необходимость получения изображения отпечатка. Вместо этого было предложено анализировать кривую нагрузки–разгрузки [12].

Перед современными разработчиками испытательного оборудования, предназначенного для работы на производствах, стоят задачи ускорения и упрощения процедуры измерения, а также повышения надежности и точности измерений. Одним из таких перспективных методов является применение прозрачного индентора [13, 14]. С его помощью становится возможным наблюдать образование различных фаз материала под индентором непосредственно в ходе проведения испытаний [15]. Глобальная цель разработчиков – создание инструмента, способного в автоматическом режиме измерять широкий круг материалов с различными значениями твердости и модуля Юнга. Перефразируя известный принцип ракетчиков “выстрелил и забыл”, можно сказать, что нужен прибор, работающий по принципу “поставил и получил”.

Помимо приборов, предназначенных для измерения свойств материалов в условиях лабораторий, активно развивается оборудование для испытаний в реальных, полевых условиях. В [16] дана классификация различных типов портативных твердомеров. Широко распространены динамические твердомеры, работающие по принципу отскока, а также ультразвуковые или импедансные твердомеры, которые измеряют контактное акустическое сопротивление материала [17]. Полученные с помощью этих устройства данные зависят от массы и жесткости измерительных частей, их пространственного расположения и других факторов, как отмечено в [18]. Измерения с помощью устройств этих типов косвенные: используется соотношение различных механических и физических свойств с твердостью, полученной прямыми методами. Ключевым фактором, влияющим на интерпретацию данных импедансного твердомера, является значение модуля Юнга тестируемого материала. Предполагается, что известен модуль Юнга материала с высокой точно-

стью, его значение берут при обработке первичных данных. Таким образом, приборы не могут быть использованы для измерения твердости материалов с неизвестным модулем Юнга. Данный недостаток отсутствует у приборов, позволяющих измерять твердость и модуль упругости методом инструментального индентирования [19].

Ограничением для применения ультразвуковых твердомеров является невозможность определения твердости неметаллов из-за анизотропии скорости звука в таких материалах [20]. Описываемое в настоящей работе оборудование, основанное на принципах инструментально контролируемого вдавливания, применимо для гораздо более широкого класса материалов.

МЕТОДИКА

Схема устройства

В настоящей работе рассмотрена конструкция портативного твердомера, получившего название iPoRTH, работающего на принципах инструментального индентирования. Его схема приведена на рис. 1. Основные компоненты устройства включают механизм, прикладывающий нагрузку, датчик перемещения и индентор. Элементом приложения силы является электромагнитный актюатор. Датчик перемещения представляет собой емкостной датчик, установленный на рабочем штоке. Прикладываемое к образцу усилие достигает 10 Н, рабочее перемещение индентора составляет 150 мкм. Держатель индентора изготовлен из латуни, рабочий шток – из углепластика, индентор – алмазный наконечник типа пирамиды Берковича с диаметром основания 800 мкм и радиусом острия 100 нм.

Конструкция портативного твердомера подходит для измерения как массивных, так и тонких образцов благодаря двум различным насадкам (рис. 2). У насадок есть три стальные закаленные шарообразные опоры, к которым прижимается тестируемая поверхность изделия. Измерение небольших и плоских образцов (например, ножей или концевых мер) осуществляется в режиме, когда прижимная пластина рабочей насадки приводит их в плотный контакт с шаровидными опорами.

Процедура измерений

Портативный твердомер iPoRTH предназначен для измерения образцов как в лаборатории, так и в полевых условиях. Чтобы полученные данные правильно отражали механические свойства, необходимо соблюдение ряда условий, характерных для всех методов измерения твердости. Если уровень шероховатости поверхности превосходит 10% ожидаемой глубины индентирования, то поверхность исследуемого образца следует довести до требуемого уровня гладкости с помощью шли-

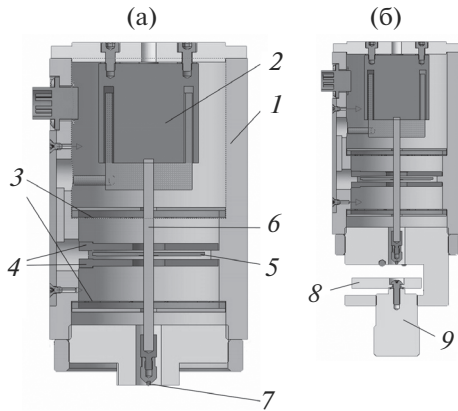


Рис. 1. Схема портативного твердомера с насадками для измерения массивных (а) и тонких (б) образцов: 1 – корпус; 2 – актюатор; 3 – мембраны; 4 – неподвижные емкостные пластины; 5 – подвижная емкостная пластина; 6 – шток; 7 – индентор; 8 – пластина; 9 – винт-ручка.

фовальной машины или шкурки соответствующей зернистости. В противном случае будет высокая дисперсия полученных значений твердости из-за высокой шероховатости поверхности. Более того, в методе инструментального индентирования, реализованном в данном приборе (как и во всех остальных методах измерения твердости на основе вдавливания острого наконечника) шероховатость поверхности приводит не просто к разбросу измеренных значений твердости, но и смещает оценку, не позволяя получить истинное значение твердости исследуемого материала простым усреднением [21, 22].

Перед началом процедуры испытания оператор должен откалибровать вертикальное местоположение опорных шариков по отношению к острию индентора (опорная головка перемещается вдоль штока путем ее вращения и закрепляется в рабочем положении с помощью контргайки). Наконечник должен быть не ближе, чем на расстоянии 20 мкм от исследуемой поверхности и не дальше, чем на расстоянии 80 мкм от ее. Данную дистанцию определяют “на глаз” и при необходимости контролируют путем вставления щупа в виде полоски обычной писчей бумаги в зазор между индентором и поверхностью. В случае плоских поверхностей эту процедуру осуществляют одновременно при смене рабочей головки и в дальнейшем при реальных измерениях не проводят. При работе с неровными выпуклыми и вогнутыми поверхностями эту процедуру осуществляют в месте измерения.

Необходимо держать прибор прижатым к образцу в течение всего цикла измерения. Усилие прижима должно быть не менее 30 и не более 60 Н. Время процедуры зависит от максимальной нагрузки и в среднем занимает около 1 мин. Угол

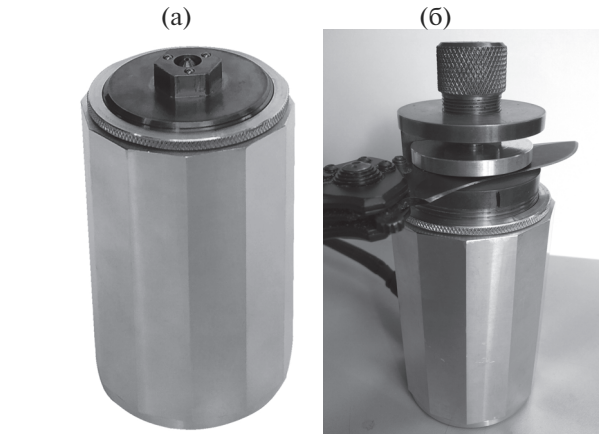


Рис. 2. Внешний вид снизу портативного твердомера с фиксированной нижней частью, предназначенной для измерения образцов: а – массивных; б – малогабаритных.

между перпендикуляром к поверхности образца и линией приложения силы должен быть менее 10° . После завершения вдавливания оператор может переместить прибор на расстояние приблизительно 1 мм от последнего места вдавливания для проведения другого теста.

Базовые принципы метода инструментального индентирования согласно ГОСТ Р 8.748-2011 [23]

Основными измеряемыми параметрами на кривой нагрузка–разгрузка являются твердость H и наклон кривой разгрузки S :

$$H = \frac{P_{\max}}{A_c}, \quad (1)$$

$$S = 2\sqrt{\frac{A_c}{\pi}} E. \quad (2)$$

Оба эти параметра рассчитывают исходя из данных предварительной калибровки формы алмазного индентора, когда снимают зависимость контактной площади от глубины погружения индентора в тестируемый материал $A_c(h)$. Это стандартная процедура, и она основана на серии испытаний образца с известными свойствами различной нагрузкой. Кривая нагрузки–разгрузки, полученная на образце плавленого кварца с максимальной нагрузкой 1 Н, показана на рис. 3. Площадь контактирующего с материалом участка индентора для идеальной пирамиды Берковича зависит квадратично от глубины проникновения индентора:

$$A_c = 24.5h_c^2, \quad (3)$$

$$h_c = h_{\max} - 0.75 \frac{P_{\max}}{S}, \quad (4)$$

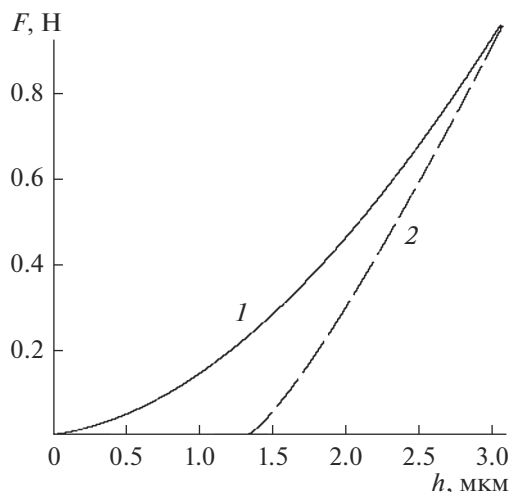


Рис. 3. Кривая нагрузки (1) и разгрузки (2), полученная для плавленого кварца.

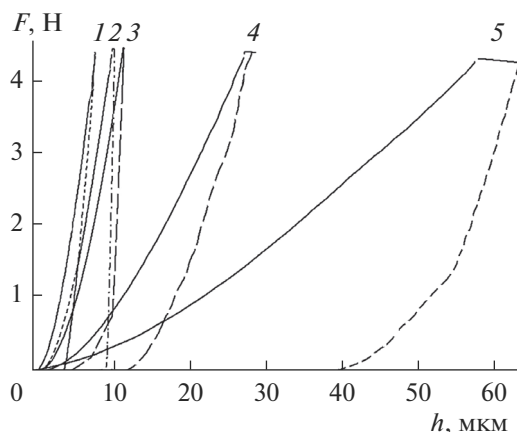


Рис. 4. Кривые нагрузки (сплошные линии) и разгрузки (штриховые линии), полученные для плавленого кварца (1), стали 40X13 (2), алюминия (3), поликарбоната (4), ДСП с покрытием (5).

где h_c и h_{max} – контактная и максимальная глубины индентирования, вычисляемые в соответствии с [19]. Все вычисления выполняются автоматически после измерения с использованием встроенной электроники.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Были исследованы образцы различных типов: плавленый кварц, поликарбонат и сплавы (сталь и алюминий). На рис. 4 представлены полученные в экспериментах кривые нагрузки–разгрузки. В табл. 1 приведены значения твердости, полученные с помощью разработанного портативного твердомера и лабораторного прибора (NanoScan-4D, созданного ФГБНУ ТИСНУМ).

Значения модуля упругости конструкционных материалов обычно известны. Однако в случае использования разработанного прибора эта информация не является необходимой для расчета твердости. Модуль Юнга измеряют методом инструментального индентирования с существенно меньшей точностью, чем твердость, и часто эта информация носит служебный характер, особенно в случае металлов и их сплавов, у которых отношение H/E много меньше единицы. Полученные данные о модуле Юнга хорошо согласуются с табличными характеристиками соответствующих материалов.

Как следует из полученных данных, прибор iPoRTN успешно демонстрирует возможность измерения твердости изделий без априорной информации о модуле Юнга материала. В представленных

Таблица 1. Твердость образцов, измеренная переносными и обычными твердомерами

Материал	Твердость, измеренная портативным прибором H , ГПа	Твердость, измеренная лабораторным прибором H , ГПа
Стекло	8.5 ± 0.8	9.1 ± 0.2
Сталь 40X13	1.5 ± 0.3	1.6 ± 0.4
Сталь 08X18H10T, вблизи сварного шва	2.6 ± 0.1	2.5 ± 0.3
Сталь 08X18H10T, основной металл	3.4 ± 0.4	3.2 ± 0.1
Сталь 08X18H10T, после старения при 525°C, длительность 2650 ч	2.4 ± 0.6	2.5 ± 0.3
Сталь 08X18H10T, после старения при 450°C, длительность 12345 ч	2.3 ± 0.1	2.4 ± 0.2
Нож из стали 8Cr13	4.7 ± 0.6	4.2 ± 0.3
Алюминий	2.5 ± 0.6	2.3 ± 0.3
Поликарбонат	0.21 ± 0.01	0.21 ± 0.02
ДСП с покрытием	0.5 ± 0.2	0.4 ± 0.1

результатах модуль Юнга различных образцов отличался почти на два порядка, как и измеренные значения твердости. Метод инструментального индентирования, описанный в [19, 23], применим также и в случае циклического укола с частичной разгрузкой индентора после каждого нагружения: описанные в указанных стандартах зависимости могут быть применены для каждого цикла, что, соответственно, позволяет получить зависимость измеряемых значений твердости и модуля упругости от глубины. Таким образом, появляется возможность контроля эффектов, связанных с поверхностным упрочнением и умягчением материалов ходе их технологической обработки. Доступный уровень нагружения 10 Н позволяет осуществлять контроль подобных эффектов для глубин от 1.5 до 15 мкм в большинстве конструкционных сталей.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Представленный в работе портативный твердомер iPoRTH, работающий по принципу статического вдавливания индентора в полном соответствии с методом инструментального индентирования (ГОСТ Р 8.748-2011), позволяет получать значения твердости прямым методом без использования оптических средств наблюдения. Проведенные исследования продемонстрировали возможность использования данного прибора для диагностики механических свойств различных конструкционных материалов, используемых в промышленности. Измеренные значения твердости совпадают со значениями, полученными на лабораторном твердомере с учетом свойственной данному оборудованию погрешности. Величины твердости и модуля упругости были вычислены непосредственно из зависимостей нагрузка—углубление: измерение твердости методом инструментального индентирования в отличие от ультразвуковых методов не требует априорной информации о модуле упругости. Соответствующие значения модуля упругости исследованных материалов близки к характеристикам, указанным в общедоступных источниках.

Следующим этапом разработки портативного твердомера является встраивание модуля Bluetooth для отправки данных на портативный компьютер или телефон для сохранения всей необходимой информации и сырых данных, включая координаты места, где проводилось измерение. Это полезно для диагностики трубопроводов, железнодорожного полотна и сложных конструкций. Полученные результаты подтверждают возможность объективного контроля такой важной механической характеристики, как твердость материала, в промышленном производстве и в полевых условиях с помощью портативного прибора массой не более 1 кг.

БЛАГОДАРНОСТИ

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ в рамках соглашения о предоставлении субсидии № 14.577.21.0274 (ЭБ № 075-15-2019-024, уникальный идентификатор проекта RFMEFI57717X0274).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Zinkle S.J., Was G.S. // Acta Mater. 2013. V. 61. № 3. P. 735.
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.11.004>
2. Zhang P., Li S.X., Zhang Z.F. // Mater. Sci. Eng. A. 2011. V. 529. P. 62.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.08.061>
3. Brooks I., Lin P., Palumbo G. et al. // Mater. Sci. Eng. A. 2008. V. 491. № 1–2. P. 412.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2008.02.015>
4. Макаренко К.В., Зенцова Е.А. // Металловедение и термическая обработка металлов. 2018. № 7. С. 3.
<https://doi.org/10.1007/s11041-018-0293-3>
5. Susanti O., Mochtar M.A., Harjanto S. // Mater. Res. Express. 2017. V. 4. № 3.
<https://doi.org/10.1088/2053-1591/aa6314>
6. Pantano M.F., Espinosa H.D., Pagnotta L. // J. Mech. Sci. Technol. 2012. V. 26. № 2. P. 545.
<https://doi.org/10.1007/s12206-011-1214-1>
7. Broitman E. // Tribol. Lett. 2017. V. 65. № 1.
<https://doi.org/10.1007/s11249-016-0805-5>
8. Koepfel B.J., Subhash G. // Wear. 1999. V. 224. № 1. P. 56.
[https://doi.org/10.1016/S0043-1648\(98\)00328-7](https://doi.org/10.1016/S0043-1648(98)00328-7)
9. Oberg H., Larsson P.L., Magnus O. // J. Test. Eval. 2001. V. 29. № 1. P. 50.
10. Усеинов А., Кравчук К., Русаков А. и др. // Наноиндустрия. 2016. № 7. С. 72.
11. Petzold M., Landgraf J., Fütting M., Olaf J.M. // Thin Solid Films. 1995. V. 264. № 2. P. 153.
[https://doi.org/10.1016/0040-6090\(95\)05855-9](https://doi.org/10.1016/0040-6090(95)05855-9)
12. Oliver W.C., Pharr G.M. // J. Mater. Res. 1992. V. 7. № 6. P. 1564.
13. Feng C., Kang B.S. // Exp. Mech. 2006. V. 46. № 1. P. 91.
<https://doi.org/10.1007/s11340-006-5862-5>
14. Масленников И.И., Решетов В.Н., Усеинов А.С., Доронин М.А. // Приборы и техника эксперимента. 2018. № 5. С. 96.
<https://doi.org/10.1134/S002044121804022X>
15. Maslennikov I.I., Reshetov V.N., Useinov A.S. // Mater. Transac. 2019. V. 60. № 8. P. 1433.
<https://doi.org/10.2320/matertrans.md201902>
16. Matyunin V.M., Karimbekov M.A., Marchenkov A.Y., Demidov A.N. // Russ. Metallurgy (Metally). 2016. V. 2016. № 13. P. 1325.
<https://doi.org/10.1134/S0036029516130115>
17. Fu J., Li F. // Rev. Sci. Instrum. 2015. V. 86. № 10. P. 103902.
<https://doi.org/10.1063/1.4932186>

18. Худяков С.А., Струтынский А.В. // Вестн. Морского гос. ун-та. Сер. Судостроение и судоремонт. 2007. Вып. 17. С. 84.
19. BS EN ISO 14577: 2015. Metallic Materials. Instrumented Indentation Test for Hardness and Materials Parameters.
20. Yang J., Shahid M., Wan C. et al. // J. Eur. Ceram. Soc. 2017. V. 37. № 2. P. 689.
<https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2016.08.034>
21. Масленников И.И., Усеинов А.С., Кравчук К.С., Косцова А.А., Решетов В.Н. // Физика твердого тела. 2018. V. 60. № 11. P. 2259.
<https://doi.org/10.1134/S1063783418110203>
22. Kim J.-Y. et al. // J. Mater. Res. 2006. V. 21. № 12. P. 2975.
<https://doi.org/10.1557/jmr.2006.0370>
23. ГОСТ Р 8.748-2011 (ИСО 14577-1:2002) ГСИ. Металлы и сплавы. Измерение твердости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании. Ч. 1. Метод испытаний.

Portable Hardness Tester for Performing Instrumental Indentation

E. V. Gladkikh^{1,2,*}, I. I. Maslenikov², V. N. Reshetov³, A. S. Useinov²

¹ *Moscow Institute of Physics and Technology (National Research University), Dolgoprudny, Moscow Region, 141701 Russia*

² *Technological Institute of Superhard and New Carbon Materials, Troitsk, Moscow, 108840 Russia*

³ *National Research Nuclear University MEPHI, Moscow, 115409 Russia*

*e-mail: ekat.gladkikh@yandex.ru

An instrument capable of measuring the hardness of materials by instrumental indentation under industrial production conditions, including pipelines and parts of working mechanisms (bridges, railroad tracks, ship mechanisms and other products) operated outdoors, is described. The key components of the device are: an element applying a load (electromagnetic actuator), a displacement sensor (a capacitive sensor mounted on the working rod) and an indenter (a diamond tip of Berkovich type with a diameter of 500 μm and a tip radius of 100 nm). The maximum force that can be applied to the sample is 10 N, and the maximum movement of the indenter reaches 150 μm . For the convenience of measuring both massive and thin samples, the design of the portable hardness tester provides for two different nozzles. The main distinguishing feature of the device is the measurement of the hardness and Young's modulus of the material in a single working cycle. The device has been tested on various materials: steels of grades 40Kh13 and 08Kh18N10T (including samples that underwent aging), aluminum, fused silica, polycarbonate, and laminated chipboard. The requirements to the level of roughness of the tested surfaces and the range of loads when carrying out instrumental indentation with a portable device are determined. The values of hardness and elastic modulus are in a good agreement with the data obtained with use of laboratory hardness testers.

Keywords: diamond indenter, electromagnetic actuator, capacitive sensor, field conditions, elastic modulus, structural steel, nanoindentation.