



ИССЛЕДОВАНИЕ СВОЙСТВ КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ МЕТОДОМ ИНСТРУМЕНТАЛЬНОГО ИНДЕНТИРОВАНИЯ С ПОМОЩЬЮ ПОРТАТИВНОГО НАНОТВЕРДОМЕРА

STUDY OF THE STRUCTURAL MATERIALS PROPERTIES BY INSTRUMENTAL INDENTATION USING A PORTABLE NANOHARDNESS METER

А.С.Усеинов*, к.ф.-м.н., первый зам. директора по науч. раб. ФГБНУ ТИСУМ, (ORCID: 0000-0002-9937-0954),
А.А.Русаков*, мл. науч. сотр., (ORCID: 0000-0001-5702-1353), В.И.Яковлев*, стажер, (ORCID: 0000-0001-9204-0728),
Е.В.Гладких*, мл. науч. сотр., (ORCID 0000-0001-8273-3934) / useinov@mail.ru

A.S.Useinov*, Cand. of Sc. (Physics and Mathematics), First Deputy Director of FSBI TISNCM, (ORCID: 0000-0002-9937-0954)
A.A.Rusakov*, Researcher, (ORCID: 0000-0001-5702-1353), V.I.Yakovlev*, Intern, (ORCID: 0000-0001-9204-0728),
Ye.V. Gladkih*, Researcher, (ORCID 0000-0001-8273-3934)

DOI: 10.22184/1993-8578.2020.13.1.66.73

Получено: 10.01.2020 г.

Разработана модификация нанотвердомера "НаноСкан-4D", позволяющая определять механические свойства изделий методом инструментального индентирования в соответствии с ГОСТ Р 8.748-2011 в условиях, близких к производственным. Основным преимуществом описываемого прибора, в отличие от большинства современных портативных тестеров твердости, является возможность работы с широким классом материалов – от металлов до твердых полимеров, – поскольку при исследовании механических свойств изделий не требуется предварительная информация о модуле упругости тестируемого материала. Приведены экспериментальные данные, полученные на стандартных образцах предприятия: поликарбонате и алюминии, а также на различных металлических изделиях, используемых в узлах машин и механизмов нефтегазовой отрасли. Измеренные значения твердости совпадают со значениями, полученными на лабораторном нанотвердомере с учетом присущих данному типу оборудования погрешностей.

A modification of the "NanoScan-4 D" nanohardness meter, which allows of measuring the mechanical properties of articles by the instrumental indentation according to GOST R 8.748-2011 under conditions close to industrial fabrication, has been developed. The main advantage of the described device, unlike most modern portable hardness testers, is the ability to work with a wide class of materials (from metals to solid polymers) since the study of the mechanical properties of products does not require preliminary information on the elastic modulus of the material being tested. Presented are the experimental data obtained on standard samples of the enterprise: polycarbonate and aluminum, as well as on various metal articles used as parts of machines and mechanisms of the oil and gas industry. The measured values of hardness coincide with the values obtained on a laboratory nanohardness meter taking into account the inherent errors of this type of equipment.

* Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов (ТИСУМ) / Federal State Budgetary Institution "Technological Institute for Superhard and Novel Carbon Materials" (FSBI TISNCM).



ВВЕДЕНИЕ

Необходимой процедурой в ходе изготовления и эксплуатации различных деталей и механизмов является контроль их механических свойств, позволяющих сделать вывод о характеристиках и ожидаемом сроке службы изделия. Испытанию материалов посвящена целая область технического материаловедения, среди задач которой особенно актуально проведение измерений объектов, находящихся в эксплуатации. За годы развития методов испытаний механических свойств для измерения твердости было разработано несколько типов приборов, работающих в полевых условиях.

В основе работы наиболее широко распространенных портативных твердомеров лежат два принципа: анализ отскока зондирующего наконечника и измерение контактного акустического импеданса материала [1]. В полученные этими устройствами результаты вносят вклад масса и жесткость измеряемых объектов, свойства подложки на которой находится изделие и ряд других сложно контролируемых факторов. Ультразвуковые или импедансные твердомеры

используют косвенные методы, предполагающие расчет прочности из соотношений, связывающих различные механические и физические свойства с твердостью, полученной прямыми методами. Другими словами, на интерпретацию данных о твердости тестируемого материала при помощи импедансного твердомера влияет значение модуля упругости (Юнга). То есть для использования оборудования такого рода необходимо наличие данных о значении модуля упругости материала, так как он используется при обработке первичных данных, получаемых при контакте индентора с материалом [2].

В методе инструментального индентирования [3, 4], по которому работает представленный в данной работе портативный нанотвердомер, для определения механических свойств используются контролируемая нагрузка, приложенная к индентору при его контакте с образцом, и перемещение индентора в ходе измерения. По полученным данным производится автоматический расчет значений твердости и модуля упругости для материала при заданной нагрузке или глубине.

INTRODUCTION

Control of mechanical properties is a necessary procedure in manufacturing and operation of various parts and mechanisms which makes it possible to make conclusions on their characteristics and an expected lifetime of the product. Testing of materials is a special field of material science, where measurements of the products in use are the most important and actual task. Several types of hardness meters intended for use in the field have been developed in parallel with the development of the mechanical properties testing methods.

The most popular portable hardness meters function on the basis of two principles: analysis of the probe tip withdrawal and measurements of the contact acoustic impedance of the material [1]. The results obtained in use of these devices feel the impacts of mass

and rigidity of measured objects, substrate properties on which the article is located and a multiple factors difficult to control. Ultrasonic or impedance hardness meters use indirect methods based on calculation of strength according to the relationships binding various mechanical and physical properties with strength value determined by direct methods. In other words, interpretation of the tested material hardness data obtained by an impedance hardness meter depends on the elastic modulus (Young). So, such type of equipment should be operated provided we know the data on the elastic modulus value because it is used at the primary data processing determined at the contact of the indenter and the material [2]. According to the instrumental indentation method [3,4], the presented portable nanohardness meter detects the mechanical

properties under controlled loading applied to the indenter when it contacts the sample and indenter displacement in the course of measurements. Automatic calculation of hardness and the elastic modulus of the material under the fixed load or penetration depth is performed in accordance with the obtained data.

Design peculiarities and the operating procedure when working with a portable nanohardness meter

Fig.1a presents the general view of the device. The main elements placed inside the case are: a long rod (stem) with the indenter fixed at its end, a force producing element (electric wiring located in the magnetic field of a constant magnet and plates of a capacity detector for registration of displacement, and elastic membranes intended to provide the plan-parallel motion of the

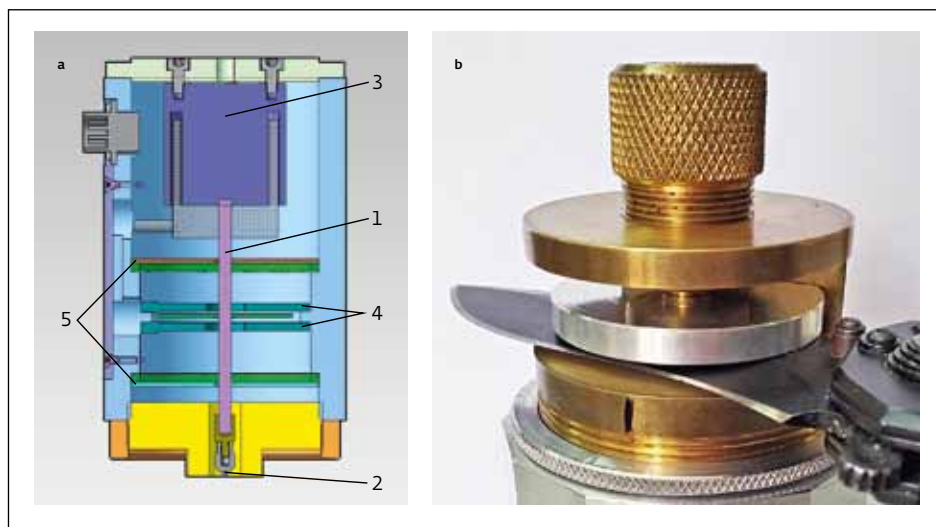


Рис.1. а – схема конструкции портативного нанотвердомера: 1 – шток, 2 – индентор, 3 – силозадающий элемент, 4 – емкостной датчик, 5 – мембраны; б – проведение испытаний ножа, закрепленного в специальном зажиме портативного твердомера
Fig.1. a – diagram of portable nanohardness meter: 1 – stem, 2 – indenter, 3 – force element, 4 – capacity detector, 5 – membranes; b – testing of a knife fixed in special gripper of a portable hardness meter

ОСОБЕННОСТИ КОНСТРУКЦИИ И ПОРЯДОК РАБОТЫ С ПОРТАТИВНЫМ НАНОТВЕРДОМЕРОМ

Общий вид конструкции прибора приведен на рис.1а. Главными элементами, размещаемыми внутри корпуса, являются длинный стержень – шток, на конце которого закрепляется индентор, силозадающий элемент – электрическая обмотка, расположенная в поле постоянного

магнита, также пластины емкостного датчика, регистрирующего перемещение и упругие мембраны, обеспечивающие плоскопараллельное движение индентирующего наконечника. Индентором для портативного твердомера служит пирамидальный трехгранный алмазный наконечник типа Берковича.

В комплектацию прибора входят две различающиеся по назначению насадки: для измерения объемных образцов и для измерения тонких образцов, например ножей, как показано на рис.1б. Оба вида насадок в месте соприкосновения с образцом имеют три сферические опоры, обеспечивающие защиту измерительной системы нанотвердомера от внешних вибрационных

и температурных воздействий.

При использовании нанотвердомеров необходимо регулярно (не реже одного раза на тысячу измерений) осуществлять калибровку функции формы наконечника, регламентированную стандартом по наноиндентированию способом – множественным индентированием плавленного кварца. Эта процедура необходима не только

indenter. The indenter of a portable hardness meter is a pyramidal trihedral diamond tip of the Berkovich type.

The instrument set includes two nozzles differing in purpose: for measuring bulk samples and for measuring thin samples, for example, knives, as shown in Fig.1b. Both types of nozzles at the point of contact with the sample have 3 spherical supports that protect the measuring system of the nanometer hardness meter from external vibration and temperature influences.

When using nanohardness meters, it is necessary to regularly

(at least once per thousand measurements) carry out calibration of the tip shape by comparing it with the appropriate nanoindentation standard (multiple indentation of fused silica). This procedure is necessary not only for the correct measurement of hardness, but also for controlling the degree of wear of the tip and for making a decision on its replacement. An example of such curve is shown in Fig.2.

The traditional construction of the nanohardness meter provides for a possibility to smoothly feed the indenting head to the test sample.

In this portable modification there are no mechanized movements, except an electromagnetic actuator. Therefore, when replacing the indenter and setting up the device, it is necessary to calibrate the relative vertical location of the spherical support pairs with respect of the indenter tip. Movement of the support head along the rod is carried out by its rotation; fastening in the working position is carried out using a safety nut. The range of the working position of the tip: from 20 to 80 microns from the test surface. The distance is controlled by the

для корректного измерения твердости, но и для контроля степени износа наконечника и принятия решения о его замене. Пример такой кривой представлен на рис.2.

В традиционной конструкции нанотвердомера предусмотрена возможность плавного подвода индицирующей головки к тестируемому образцу. В данной портативной модификации нет никаких механизированных подвижек, кроме электромагнитного актюатора. Поэтому при замене индентора и настройке прибора необходимо выполнить калибровку относительного вертикального местоположения парных сферических опор по отношению к острию индентора. Перемещение опорной головки вдоль штока осуществляется путем ее вращения; закрепление в рабочем положении производится с помощью контргайки. Диапазон рабочего положения наконечника: от 20 до 80 мкм от исследуемой поверхности. Расстояние контролируется оператором визуально, либо путем вставления калиброванного щупа в зазор между индентором и поверхностью, при включенном электропитании нанотвердомера. Для плоских поверхностей процедура калибровки вертикального положения осуществляется одновременно со сменой рабочей головки и при реальных измерениях в дальнейшем не производится. При работе с неровными вогнутыми и выпуклыми поверхностями данную процедуру проводят по месту измерения.

При проведении измерений на свободных поверхностях необходимо выдерживать постоянное усилие прижима прибора к изделию в течение всего

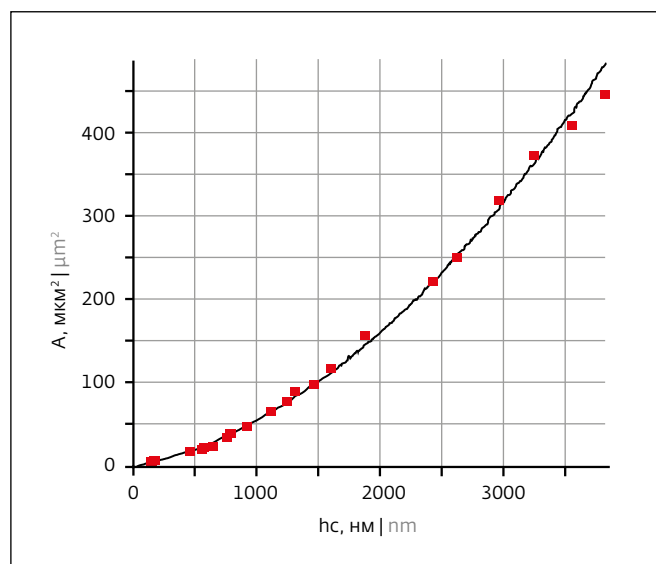


Рис.2. Функция формы наконечника: экспериментальные данные и аппроксимирующая кривая

Fig.2. Tip shape function: experimental data and approximation curve

цикла измерения (время процедуры зависит от максимальной нагрузки и в среднем занимает около одной минуты) не менее 30 Н и не более 60 Н, а также угол между линией приложения силы и перпендикуляром к поверхности образца менее 10°. Для магнитных изделий функцию удержания нанотвердомера на поверхности могут выполнять магнитные вставки. После завершения индентирования для проведения другого теста оператор должен

operator visually, or by inserting a calibrated probe into the gap between the indenter and the surface, with the power supply of the nanometer hardness meter turned on. For flat surfaces, the procedure for calibrating the vertical position is carried out simultaneously with the change of the working head and, in real measurements, is not further performed. When working with uneven concave and convex surfaces, this procedure is carried out at the place of measurement.

When carrying out measurements on free surfaces, it is necessary to maintain the constant

force that presses the device to the article during the entire measurement cycle (the procedure time depends on the maximum load and takes about one minute on average) of at least 30 N and not more than 60 N, as well as the angle between the force application line and the perpendicular to the surface of the sample less than 10 degrees. In case of magnetic articles, the nanohardness meter is kept on the surface with the aid of magnetic inserts. On completing the indentation and before the next test the operator should move the device at a distance of at least

1 mm along the surface of the article. Calculation of hardness and modulus of elasticity occurs automatically.

When working with less than 10 mm thick articles you can use a special clamp that provides tight contact of the test product with spherical supports and the clamping surface of the clamp.

The level of surface roughness, as with any hardness measurements, should be lower than the value specified in GOST for the selected forces and indentation depths. By default, Ra should be no more than 5% of the indentation depth.



Таблица 1. Механические свойства образцов, измеренные при помощи портативного твердомера и "НаноСкан-4D"

Table 1. Mechanical properties of the samples measured using "NanoScan-4D" and a portable hardness meter

	Твердость Н, ГПа Hardness, GPa	Твердость Н, измеренная на "НаноСкан-4D", ГПа Hardness measured using "NanoScan-4D", GPa	Модуль упругости Е, ГПа E-modulus, GPa	Модуль упругости Е, измеренный на "НаноСкан-4D", ГПа E-modulus, measured using "NanoScan-4D", GPa
Шпилька Pin	3,0 ± 0,6	3,4 ± 0,7	205 ± 30	206 ± 25
Гайка Nut	2,6 ± 0,3	3,0 ± 0,3	206 ± 15	237 ± 20
Поликарбонат Polycarbonate	0,21 ± 0,01	0,21 ± 0,02	2,7 ± 0,3	3,0 ± 0,3
Алюминий Д16Т D16T Aluminium	2,5 ± 0,6	2,3 ± 0,3	65 ± 10	70 ± 7
Лезвие ножа Knife blade	4,7 ± 0,6	4,5 ± 0,5	200 ± 20	215 ± 30

переместить прибор на расстояние не менее 1 мм вдоль поверхности изделия. Расчет значений твердости и модуля упругости происходит автоматически.

При работе с тонкими изделиями, толщиной менее 10 мм, можно использовать специальный зажим, обеспечивающий плотный контакт тестируемого изделия со сферическими опорами и прижимающей поверхностью зажима.

Уровень шероховатости поверхности, как и при любых измерениях твердости, должен быть ниже оговоренного в ГОСТе значения для выбранных усилий и глубин погружения индентора. По умолчанию Ra должно быть не более 5% от глубины погружения индентора.

ПРОВЕДЕНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТА

Перед проведением испытаний была осуществлена калибровка формы наконечника путем серии измерений на мере твердости (плавленом кварце) с увеличивающейся нагрузкой. Полученная функция формы наконечника использовалась в дальнейшем для расчета твердости.

Проверка результатов, получаемых при помощи портативного твердомера, проводилась путем их сравнения с данными прибора, входящего в Государственный реестр средств измерений, нанотвердомера "НаноСкан-4D" (ФГБНУ ТИСНУМ, Россия). Нанотвердомер "НаноСкан-4D" занимает исключительное положение среди производимых

EXPERIMENTAL PROCEDURE

Before testing, the tip shape was calibrated by a series of measurements on a test block (fused silica) with an increasing load. The obtained function of the tip shape was used in future to calculate hardness.

Verification of the results obtained using a portable hardness meter was carried out by comparing them with the data of the device included in the state register of measuring instruments, "NanoScan-4D" nanohardness meter (FSBI TISNCM, Russia). The "NanoScan-4D" nanohardness meter occupies an exceptional

position among the devices manufactured in Russia, since it allows measurements of the physical and mechanical properties of materials on a submicron and nanometer scale of linear dimensions [5].

To demonstrate the capabilities of a portable hardness meter, samples of different materials were studied: metal (nuts and pins), polycarbonate (a standard sample of the enterprise), D16T aluminum and a tourist knife blade. The loading force during the experiments was 1 N (the maximum load range of a portable nanohardness meter is 10 N). A larger load was not required, since the surface of the

samples was prepared before testing - in order to reduce roughness it was polished. Before testing by the instrumental indentation method it is necessary to make sure that the surface roughness does not exceed 1/20th of the indenter recess [6].

Table 1 shows the data on the modulus of elasticity and hardness obtained on the samples. As can be seen from Table 1, the series of measurements carried out on the samples yielded hardness values that coincided, within the measurement error, with the values obtained by the laboratory nanohardness "NanoScan-4D" meter. As for the modulus of



АНАЛИТИКА ЭКСПО

18-я Международная выставка
лабораторного оборудования
и химических реактивов

21-24.04.2020

Москва, МВЦ «Крокус Экспо»



analitikaexpo.com

Забронируйте стенд

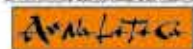
Организатор



Сопроорганизаторы



Ассоциация Аналитических Центров



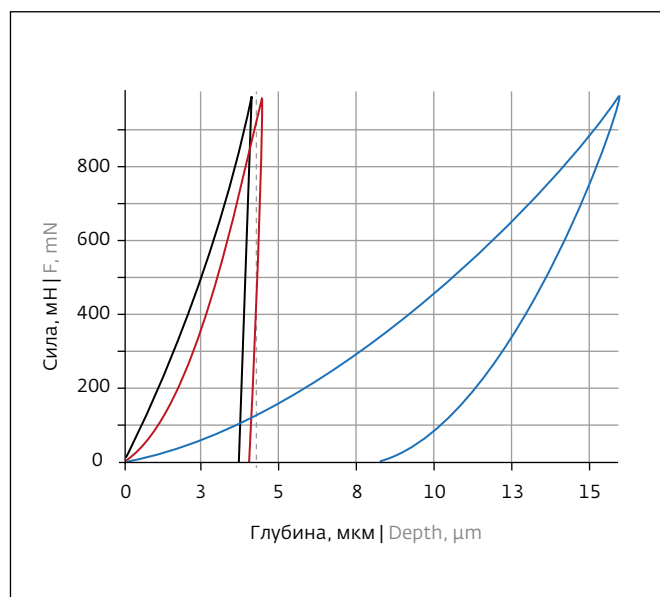


Рис.3. Типичная кривая сила-глубина для образца шпильки (черная кривая), образца гайки (красная кривая) и поликарбоната (синяя кривая)

Fig.3. Typical curve "force-depth" for a pin sample (black), nut sample (red) and polycarbonate (blue)

в России приборов, поскольку позволяет осуществлять измерения физико-механических свойств материалов на субмикрометровом и нанометровом масштабе линейных размеров [5].

Для демонстрации возможностей портативного твердомера были исследованы образцы из разных материалов: металлические (гайки

и шпильки), поликарбонат (стандартный образец предприятия), алюминий Д16Т и лезвие туристического ножа. Сила нагружения в ходе экспериментов составляла 1 Н (максимум диапазона нагрузки портативного нанотвердомера составляет 10 Н). Большая нагрузка не требовалась, поскольку поверхность образцов была подготовлена перед проведением испытаний – для снижения шероховатости проведена ее полировка. Перед испытанием по методу инструментального индентирования необходимо убедиться, что шероховатость поверхности не превышает 1/20 части от величины углубления индентора [6].

В табл.1 приведены данные по модулю упругости и твердости, полученные на образцах. Как видно из табл.1, серии измерений, проведенные на образцах, дали значения твердости, совпадающие в пределах погрешности со значениями, полученными на лабораторном нанотвердомере "НаноСкан-4D". Что касается модуля упругости, на портативном приборе были получены заниженные значения по сравнению с данными с прибора "НаноСкан-4D", однако отличие значений не превышает 15%. Данное отклонение может быть объяснено вариативностью эффективной жесткости системы "нанотвердомер – исследуемое" изделие и невозможностью учета этой изменчивости при проведении обработки получаемых первичных данных.

На рис.3 приведены кривые нагрузки-разгрузки, полученные на исследованном образце гайки, а также на плавленом кварце (величина нагрузки в испытании кварца составляла 500 мН).

elasticity, underestimated values were obtained on a portable device as compared with the data obtained by the "NanoScan-4D" device, however, the difference in values does not exceed 15%. This deviation can be explained by the variability of the effective stiffness of the nano-hardness meter – test article system and by the impossibility of taking into account this variability when processing the obtained primary data.

Fig.3 shows the loading-unloading curves obtained on the studied nut sample, as well as on fused silica (the load value in the quartz test was 500 mN).

CONCLUSIONS

For many tasks of modern materials science, instrumental indentation is a powerful research tool. The tests of the compact version of the "NanoScan-4D" device demonstrated a possibility of using this method for the on-line diagnostics of the mechanical characteristics of components and articles without removing them from the working process. A key advantage of this method is the ability to determine hardness without a priori information about the elastic modulus of the material. The design of the portable hardness meter is suitable for

measuring both massive and thin samples thanks to two different nozzles. Equipping this device with a wireless communication and global positioning module in future will make it possible to link the measured values to the geographical coordinates of the object and create a cloud-based system for storing and processing data on mechanical properties, which makes the use of this device extremely promising as an additional tool for monitoring the state of engineering structures, bridges, pipelines, railways and land, sea and air transport vehicles. ■



ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Для многих задач современного материаловедения инструментальное индентирование является мощным исследовательским инструментом. Проведенные испытания компактной версии прибора "НаноСкан-4D" продемонстрировали возможность применения данного метода для оперативной диагностики механических характеристик узлов и изделий без их изъятия из рабочего процесса. Ключевым преимуществом данного метода является возможность определения твердости без априорной информации о модуле упругости материала. Конструкция портативного твердомера подходит для измерения как массивных, так и тонких образцов благодаря двум различным насадкам. Оснащение в будущем данного прибора модулем беспроводной связи и глобального позиционирования позволит привязать измеряемые величины к географическим координатам объекта и создать облачную систему хранения и обработки данных о механических свойствах. Это сделает применение данного прибора крайне перспективным в качестве дополнительного инструмента для текущего контроля состояния инженерных сооружений, мостов, трубопроводов, железнодорожных путей и сухопутных, морских и воздушных транспортных средств.

ЛИТЕРАТУРА / REFERENCES

1. Fu J., Li F. A finger-like hardness tester based on the contact electromechanical impedance of a piezoelectric bimorph cantilever // Rev. Sci. Instrum. 1305 WALT WHITMAN RD, STE 300, MELVILLE, NY 11747-4501 USA: AMER INST PHYSICS. 2015. Vol. 86. № 10.
2. ASTM A1038-19. Standard Test Method for Portable Hardness Testing by the Ultrasonic Contact Impedance Method.
3. 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.
4. BS EN ISO 14577: 2015. Metallic materials. Instrumented indentation test for hardness and materials parameters.
5. Кравчук К. et al. Автоматизированный контроль параметров композитных изделий с помощью нанотвердомера "НаноСкан" // НАНОИНДУСТРИЯ. 2016. Vol. 65. № 3. P. 54-58.
6. Kim J.-Y. et al. Surface roughness effect in instrumented indentation: A simple contact depth model and its verification // J. Mater. Res. 2006. Vol. 21. № 12. P. 2975-2978.



ИННОВАЦИОННЫЕ ТЕХНОЛОГИИ
ЧИСТЫХ ПОМЕЩЕНИЙ

ОТ ПРОЕКТА ДО ГОТОВОГО ОБЪЕКТА



ЧИСТЫЕ ПОМЕЩЕНИЯ «ПОД КЛЮЧ»:

- ПРОЕКТИРОВАНИЕ
- СТРОИТЕЛЬСТВО
- ПРОИЗВОДСТВО КОНСТРУКЦИЙ
- АТТЕСТАЦИЯ/ВАЛИДАЦИЯ
- ГАРАНТИЙНОЕ И ПОСТГАРАНТИЙНОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ

Более 600 клиентов, работающих с продукцией «ФармИнжиниринг», подтверждают:

С НАМИ ВЫГОДНО РАБОТАТЬ

• Строгое соблюдение сроков	• Стандарты качества GMP, ГОСТ Р ИСО
• Собственное производство	• Склад готовой продукции
• Работаем с 2012 года	• Разумные цены

ВОПЛОЩАЕМ ВАШИ ИДЕИ В РЕАЛЬНЫЕ ПРОЕКТЫ

8 (495) 215-00-51 • info@ph-e.ru
pharm-engineering.ru / ph-e.ru