

НАЦИОНАЛЬНАЯ АКАДЕМИЯ НАУК УКРАИНЫ
Институт проблем материаловедения им. И.Н. Францевича

На правах рукописи

538.951.405:620.178.015

ГОНЧАРОВА ИРИНА ВАДИМОВНА

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТОДОМ ИНДЕНТИРОВАНИЯ
ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МАТЕРИАЛОВ
С РАЗНОЙ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРОЙ

Специальность: 01.04.07 – физика твердого тела

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Научный руководитель
член-корреспондент НАН Украины,
профессор,
доктор физико-математических наук
Мильман Юлий Викторович

Киев – 2017

ОГЛАВЛЕНИЕ

ПЕРЕЧЕНЬ УСЛОВНЫХ СОКРАЩЕНИЙ	5
ВВЕДЕНИЕ	7
1 ИНДЕНТИРОВАНИЕ. ФИЗИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ. ПРАКТИЧЕСКОЕ ПРИМЕНЕНИЕ	18
1.1 Основные методы определения твердости	18
1.2 Физические основы индентирования материалов	23
1.2.1 Определение механических свойств по твердости. Корреляция между твердостью и пределом текучести материалов	23
1.2.2 Степень деформации при индентировании пирамидальными инденторами	27
1.3 Масштабная зависимость твердости. Размерный эффект	31
1.4 Температурная зависимость твердости. Температурные интервалы холодной, теплой и горячей деформации. Определение параметров термоактивируемого процесса пластической деформации методом индентирования	35
1.5 Возможности практического использования методов индентирования для определения свойств материалов	44
1.5.1 Анализ подвижности дислокаций методом индентирования	45
1.5.2 Применение метода индентирования для изучения фазовых превращений	47
1.5.3 Изучение двойникования методом индентирования	55
1.5.4 Кривые деформации, получаемые методом индентирования.....	57
1.5.5 Характеристика пластичности, получаемая при измерении твердости	61
1.6 Выводы и постановка задач исследования	68

2	МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ	71
2.1	Материалы	71
2.2	Методы исследования	73
3	РАЗВИТИЕ ПРЕДСТАВЛЕНИЙ О ХАРАКТЕРИСТИКЕ ПЛАСТИЧНОСТИ МАТЕРИАЛОВ δ_H , ОПРЕДЕЛЯЕМОЙ ПРИ ИНДЕНТИРОВАНИИ	78
3.1	Введение	78
3.2	Расчет пластической деформации при внедрении индентора с учетом несжимаемости материала под индентором при определении только пластической части деформации	80
3.3	Характеристика пластичности δ_H , полученная методом индентирования с учетом несжимаемости материала под индентором при определении только пластической части деформации.....	83
3.4	Влияние температуры и скорости деформации на характеристику пластичности δ_H	88
3.5	Пластичность при 0 К как характеристика пластичности материалов при дислокационном механизме деформации (без помощи термических флуктуаций).....	95
3.6	Выводы к разделу 3	101
4	ПОСТРОЕНИЕ КРИВЫХ ДЕФОРМАЦИИ МЕТОДОМ ИНДЕНТИРОВАНИЯ ПИРАМИДАЛЬНЫМИ ИНДЕНТОРАМИ	104
4.1	Разработка методики построения кривых деформации методом индентирования пирамидальными инденторами	104
4.2	Сравнение кривых деформации стали 45, У8 и сплава ВТ6, полученных методом индентирования пирамидальными инденторами, со стандартными механическими испытаниями ..	107
4.3	Исследование методом индентирования механизма пластической деформации в сильно двойникующихся сплавах с ОЦК-решеткой системы Cr-Mn	111

4.3.1	Экспериментальные результаты	111
4.3.2	Влияние двойникования на зависимость твердости от нагрузки на индентор	114
4.3.3	Кривые деформации двойникующихся сплавов	119
4.3.4	Характеристика пластичности δ_H сплавов	123
4.4	Выводы к разделу 4	123
5	ОСОБЕННОСТИ ЛОКАЛЬНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ ПРИ ИНДЕНТИРОВАНИИ ПОРИСТОЙ КАРБИДОКРЕМНИЕВОЙ КЕРАМИКИ	125
5.1	Введение	125
5.2	Экспериментальные результаты	125
5.3	Обсуждение результатов	129
5.4	Выводы к разделу 5	137
6	ОСОБЕННОСТИ ЛОКАЛЬНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ ПРИ УДАРНОМ НАГРУЖЕНИИ КИНЕТИЧЕСКИМ УДАРНИКОМ	139
6.1	Введение	139
6.2	Экспериментальные результаты	139
6.3	Обсуждение результатов	147
6.3.1	Карты распределения микротвердости HV , пластической деформации ε_p и характеристики пластичности δ_H в преградах после ударного нагружения	147
6.3.2	Зеренная структура и дислокационная субструктура после проникания кинетического ударника	147
6.3.3	Энергия, израсходованная на пластическую деформацию преграды при проникании w_i	148
6.4	Выводы к разделу 6	150
	ОБЩИЕ ВЫВОДЫ	151
	СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ	155

ПЕРЕЧЕНЬ УСЛОВНЫХ СОКРАЩЕНИЙ

b	– модуль вектора Бюргера дислокации;
d	– диагональ отпечатка твердости;
E	– модуль Юнга;
E_{ef}	– эффективный модуль контактной пары индентор–образец;
F	– проекция отпечатка твердости на поверхность образца;
G	– модуль сдвига;
h	– глубина перемещения индентора;
H_a	– атермическая компонента твердости;
HB	– твердость по Бринеллю;
HM	– твердость по Мейеру;
HRA, HRC и HRB	– твердость по Роквеллу (по шкале А, С и В);
H_T	– термическая компонента твердости материала;
HV	– твердость по Виккерсу;
HB	– твердость по Берковичу;
K_{Ic}	– трещиностойкость (критический коэффициент интенсивности напряжений I моды деформаций);
ℓ	– длина дислокационных трасс вокруг отпечатка микротвердости;
P	– нагрузка на индентор;
$\langle p \rangle$	– среднее контактное давление в отпечатке твердости;
S	– площадь поверхности отпечатка твердости;
T, t	– температура (град. К и $^{\circ}\text{C}$);
T^*, t^*	– характеристическая температура деформации (град. К и $^{\circ}\text{C}$);
T_m	– температура плавления;
T_r	– температура рекристаллизации;

T_x	– температура хладноломкости;
U	– энергия активации движения дислокаций;
V	– активационный объем;
γ	– угол при вершине индентора между гранью и осью;
γ_e	– энергии дефекта упаковки;
δ	– удлинение до разрушения при испытаниях на изгиб;
δ_H	– характеристика пластичности при индентировании;
$\delta_H(0)$	– характеристика пластичности при 0 К;
$\delta_{H cr}$	– критическое значение характеристики пластичности;
$\dot{\varepsilon}$	– скорость деформации;
ε_e	– упругая деформация под индентором;
ε_p	– пластическая деформация под индентором;
ε_t	– общая деформация под индентором;
ν	– коэффициент Пуассона;
ρ	– плотность дислокаций;
σ_b	– напряжение разрушения;
$\sigma_{0,2}, \sigma_S$	– предел текучести, условный предел текучести;
τ_c	– критическое напряжение сдвига;
ψ	– поперечное сужение до разрушения.

ВВЕДЕНИЕ

В последние десятилетия было открыто и введено в эксплуатацию большое количество принципиально новых материалов: аморфные металлические сплавы (АМС), квазикристаллы (КК), наноструктурированные материалы, интерметаллиды (ИМ), высокопрочная конструкционная керамика, фуллерены и др. Большинство из этих материалов во всем служебном интервале температур имеют незначительную пластичность и разрушаются хрупко при стандартных механических испытаниях, поэтому изучение их механического поведения стандартными методами (на сжатие, растяжение) малоэффективно. Принципиально новые возможности дает метод локальной пластической деформации индентором, который позволяет локально продеформировать практически все материалы. Метод твердости и микротвердости в течение многих лет широко используется для оценки механических свойств материалов как в научно-исследовательских лабораториях, так и в промышленности. Однако в последние годы метод индентирования превращается из метода оценки механических свойств в способ определения комплекса механических свойств (предел текучести, прочность, пластичность, модуль Юнга, температура хладноломкости, вязкость разрушения и др.). Это обусловлено, с одной стороны, созданием принципиально новых приборов, а с другой, развитием теории индентирования материалов. Развитие методики определения механических свойств методом индентирования имеет особый интерес для хрупких керамических материалов. И дело не только в том, что применение метода индентирования позволяет обходиться без сложного процесса приготовления из керамики образцов для механических испытаний, более важным является появление принципиально новых возможностей для определения механических свойств хрупких материалов. Так, только метод индентирования позволяет определить предел текучести этих материалов или

сравнить между собой пластичность двух керамических материалов, которые разрушаются хрупко при механических испытаниях на растяжение, сжатие и изгиб. Только с применением метода индентирования можно изучить механические свойства тонких покрытий и отдельных фазовых составляющих композиционных материалов, а также проанализировать механические свойства различных зон сварных соединений и других структур с переменными по сечению свойствами.

В настоящее время количество научных публикаций в мире, посвященных теории и методам индентирования, растет с каждым годом. Это работы Ю.В. Мильмана, С.А. Фирстова, О.Н. Григорьева, В.Ф. Горбаня, Н.В. Новикова, С.Н. Дуба, А.И. Юрковой, А.В. Бяковой, С.В. Лубенца, В.И. Мощенка, Ю.И. Головина, В.П. Алехина, С.И. Булычова, В. Оливера, Дж. Фара, Дж. Гилмана, В. Никса, Х. Гао, Дж. Песики, Л. Брауна, М. Чаудри, Т. Сузуки, Т. Омур и мн. др.

Основоположником физического подхода к пониманию величины твердости является Д. Тейбор. Общеизвестными в области индентирования являются работы Г. О'Нейля, А. Аткинса, Н.Н. Давиденкова, И. Бринелля, В.К. Григоровича, М.С. Дрозда, М.М. Хруцова, В.М. Глазова, В.Н. Вигдоровича, М.П. Марковца, Ю.С. Боярской.

Существенным достижением в методике индентирования стал предложенный в 1993 г. Ю.В. Мильманом, Б.А. Галановым, С.И. Чугуновой метод определения характеристики пластичности материала при индентировании пирамидальными инденторами δ_H . Индентирование, особенно микро- и наноиндентирование, позволяет изучать механические свойства при значительно более локальных нагрузках, чем стандартные методы определения механических свойств. Однако проблемы исследования механизмов деформации и разрушения, а также определения механических характеристик малопластичных и хрупких материалов требуют дальнейшего

развития теории индентирования и методик локального нагружения материалов жестким индентором.

В настоящее время методика индентирования сферическим индентором для изучения механических свойств развита достаточно хорошо, но ее использование ограничено твердостью исследуемых материалов (до 450 *НВ*). При этом также возникают сложности в связи с отсутствием подобия отпечатков твердости при изменении нагрузки на индентор. Поэтому разработка методики индентирования алмазными пирамидальными инденторами весьма актуальна.

Целью работы является развитие физических представлений для определения характеристик прочности и пластичности материалов методом индентирования.

В соответствии с целью работы были поставлены следующие задачи исследования:

1 Разработать методику определения характеристики пластичности при индентировании (δ_H) для высокотвердых материалов с большой долей упругой деформации под индентором; определить δ_H для кристаллических материалов с различным типом межатомной связи и различной кристаллической структурой, а также аморфных металлических сплавов и квазикристаллических материалов и классифицировать эти материалы по величине их характеристики пластичности.

2 Экспериментально и теоретически изучить температурную зависимость характеристики пластичности δ_H для материалов с различным типом кристаллической структуры. Разработать методику определения характеристики пластичности $\delta_H(0)$ при надбарьерном движении дислокаций в кристаллах в условиях отсутствия термических колебаний атомов, т.е. в условиях, при которых определяется напряжение Пайерлса-Набарро.

3 Разработать методику построения кривых деформации материалов методом индентирования пирамидальными инденторами и проанализировать

соответствие между кривыми деформации, полученными при стандартных механических испытаниях, и индентированием для металлических сплавов.

4 Изучить методом индентирования особенности механического поведения и механизм деформации сильно двойникующихся сплавов, которые хрупко разрушаются при стандартных механических испытаниях.

5 Исследовать влияние пористости на особенности механического поведения керамических материалов при индентировании в широком температурном интервале.

6 Методом индентирования исследовать особенности локальной пластической деформации при пробивании мишени кинетическим ударником.

Объект исследования: физико-механическое поведение и механические свойства материалов при локальном нагружении индентором.

Предмет исследования: металлические сплавы с ОЦК, ГЦК, ГПУ решеткой; интерметаллиды; тугоплавкие соединения (карбиды); ковалентные кристаллы; аморфные металлические сплавы и квазикристаллы; стали 45, У8 и титановый сплав ВТ6; двойникующиеся при индентировании сплавы системы Cr-Mn, а также алюминиевый сплав АМг5.

Методы исследования: измерения твердости различными пирамидальными инденторами в широком температурном интервале (-196 ... 900 °С), механические испытания на растяжение и сжатие, оптическая, сканирующая и просвечивающая электронная микроскопия и рентгеноструктурный анализ.

Связь работы с научными программами, планами, темами. Исследования по теме диссертации соответствует основным направлениям работ Института проблем материаловедения им. И.Н. Францевича НАН Украины в рамках бюджетных тем: «Розвиток теорії індентування та нових методів дослідження механізмів деформації та визначення механічних

властивостей матеріалів при локальному навантаженні індентором» (№0107U000031, 2007–2009 pp.); «Розвиток фізичних основ міцності, пластичності та зварюваності інтерметалідів на основі Al, Ni та Zr в різних структурних станах» (№01100U000140, 2010–2012 pp.) «Фізичні основи формування трибологічних властивостей матеріалів (сталі, алюмінієві сплави, квазікристали, інтерметаліди) та покриттів за умов динамічного навантаження» (№0114U001373, 2014–2016 pp.), а також міжнародного проекту УНТЦ №1997 «Пластичність та деформаційні криві, отримані методом індентування для кераміки та покриттів» (2002–2004 pp.).

Научная новизна. Развитие методики определения характеристики пластичности при индентировании δ_H впервые позволило определить δ_H для высокопрочных материалов с высоким уровнем упругой деформации и классифицировать разные новые материалы, хрупкие при стандартных испытаниях на растяжение, по уровню их пластичности. Для широкого круга кристаллических материалов теоретически и экспериментально изучена температурная зависимость характеристики пластичности δ_H от параметров, определяющих механическое поведение материалов: модуля Юнга E , энергии активации движения дислокаций U , активационного объема V и температуры плавления T_m . Введено представление о характеристике пластичности при 0 К – $\delta_H(0)$ (при дислокационном механизме деформации без помощи термических колебаний атомов, т.е. в условиях, при которых оценивается напряжение Пайерлса-Набарро). Разработана методика определения $\delta_H(0)$ и установлена теоретическая зависимость этой величины от параметров, характеризующих механическое поведение материалов. Показано фундаментальное значение $\delta_H(0)$ в теории дислокаций.

Предложена схема температурной зависимости твердости керамических материалов с высоким уровнем напряжения Пайерлса-Набарро с учетом пористости этих материалов, в которой на каждом температурном участке действует тот механизм формирования отпечатка твердости, который

осуществляется при наименьшем давлении под индентором, т.е. соответствует наименьшей твердости (за счет пластической деформации, фазового перехода под давлением, процессов хрупкого разрушения или перехода от деформации скольжением к деформации двойникованием).

Разработана методика построения методом индентирования пирамидальными инденторами кривых деформации, которая позволяет определять механические характеристики материалов (предел текучести, деформационное упрочнение и др.). Корректность полученных кривых подтверждена при сравнении их с деформационными кривыми, полученными стандартными методами испытаний.

Впервые методом индентирования изучен механизм пластической деформации сильно двойникующихся при индентировании сплавов системы Cr-Mn, которые из-за хрупкости не могут быть исследованы стандартными методами механических испытаний при комнатной температуре. При этом обнаружен обратный размерный эффект при индентировании пирамидами Виккерса и Берковича (рост твердости при увеличении нагрузки на индентор).

Впервые на примере сплава АМг5 показано, что вблизи канала проникания кинетического ударника в мишень формируется зеренная и дислокационная структура, которая соответствует структуре, формирующейся при пластической деформации сжатием $> 40\%$.

Практическая ценность работы. Развитые представления и методики определения характеристики пластичности δ_H при измерении микротвердости позволяют сопоставлять и анализировать пластичность различных материалов вне зависимости от того, являются ли они пластичными, малопластичными или хрупкими при стандартных исследованиях. При разработке новых высокопрочных материалов стало возможным учитывать не только значение прочности, но и пластичности, что

позволяет наиболее полно характеризовать эксплуатационные свойства материалов.

Предложенная и отработанная на металлических сплавах методика построения кривых деформации методом индентирования может быть использована также для построения деформационных кривых хрупких материалов, тонких слоев, включений второй фазы и других структурных элементов.

Личный вклад автора. Диссертация является обобщением результатов исследований, выполненных автором в Институте проблем материаловедения НАН Украины под руководством чл.-корр. НАН Украины, профессора, д.ф.-м.н. Ю.В. Мильмана. Автором проанализированы литературные источники по указанной тематике, выполнены экспериментальные исследования по измерению твердости в широком интервале температур (-196...900 °С) различными пирамидальными инденторами, построены кривые деформации методом индентирования и определена характеристика пластичности для кристаллических материалов с различным типом межатомной связи и различной кристаллической структурой, а также аморфных металлических сплавов и квазикристаллических материалов. Проведено локальное исследование механических свойств и структуры вблизи канала проникания в алюминиевую мишень кинетического ударника. Обработка и анализ полученных результатов, написание ряда научных статей, подготовка докладов на конференциях выполнялись диссертантом.

Определение цели, задач и методик исследований осуществлялось вместе с научным руководителем Ю.В. Мильманом. Развитие методики определения характеристики пластичности δ_H под индентором с использованием предположения о несжимаемости материала под индентором только для определения пластической деформации для материалов с большой долей упругой деформации под индентором проводилось совместно

с Б.А. Галановым, Ю.В. Мильманом и С.И. Чугуновой. Рентгеноструктурные исследования выполнялись совместно с Н.А. Ефимовым; просвечивающая электронная микроскопия (ТЕМ) – вместе с Н.И. Даниленко; фрактографические исследования – с А.В. Самелюком; стандартные механические испытания на сжатие и растяжение и эксперименты по внедрению кинетического ударника проводились совместно с В.А. Гончаруком. Материалы для исследования (интерметаллиды, алюминиевые, квазикристаллические и аморфные сплавы) были получены в ИПМ НАНУ под руководством профессора Ю.В. Мильмана. Образцы карбидокремниевой керамики с разной пористостью были изготовлены в Научно-исследовательском центре высоких давлений Польской академии наук (Варшава, Польша).

Апробация результатов работы и публикации. Материалы диссертационной работы докладывались и обсуждались на международных научных конференциях: Hypervelocity Impact Symposium HVIS 2003 (2003, Noordwijk, Netherlands); XV Петербургские чтения по проблемам прочности (2005, Санкт-Петербург, Россия); Международная конференция «Современное материаловедение, достижения и проблемы» (2005, Киев, Украина); 49 Международная конференция «Актуальные проблемы прочности» АПП-2010 (2010, Киев, Украина); 51-а Международная конференция „Актуальные проблемы прочности” (2011, Харьков, Украина); Міжнародна конференція „Сучасні проблеми фізики металів і металічних систем” (2016, Київ, Україна).

По материалам диссертации опубликовано 18 печатных работ, из них 9 статей в научных журналах и 7 тезисов докладов.

Структура и объем диссертации. Диссертационная работа состоит из введения, шести глав, выводов, списка использованной литературы. Общий объем диссертации составляет 171 страницы машинописного текста и

включает в себя 55 рисунков 7 таблиц и список литературы из 148 наименований.

Во введении обоснована актуальность темы, сформулирована цель и задачи диссертационной работы, отражены научная новизна и практическая ценность проведенных исследований. Определен личный вклад автора.

В первом разделе приведен обзор литературных данных по исследуемой тематике. Изложены основные направления использования метода индентирования для определения механических свойств материалов, рассмотрены физические основы температурной зависимости предела текучести и твердости. Особое внимание уделено введенной в работе [Acta Met. and Mater. – 1993. – Vol.41, No.9] характеристике пластичности δ_H , определяемой при индентировании.

Во втором разделе представлено обоснование выбора исследуемых материалов и описаны методы их исследования.

В третьем разделе изложена методика определения характеристики пластичности δ_H для высокотвердых материалов со значительным уровнем упругих деформаций под индентором, которая позволяет учитывать упругую деформацию самого индентора. Определение характеристики пластичности δ_H для кристаллических материалов с различным типом межатомной связи и различной кристаллической структурой, а также аморфных металлических сплавов и квазикристаллических материалов позволило классифицировать эти материалы и расположить их по мере уменьшения пластичности в порядке: металлы – интерметаллиды и АМС – квазикристаллы – тугоплавкие соединения и ковалентные кристаллы.

Приведено теоретическое описание и экспериментальные результаты температурной зависимости характеристики пластичности δ_H . Введена и рассчитана характеристика пластичности при 0 К – $\delta_H(0)$ (при дислокационном механизме деформации без помощи термических колебаний

атомов, т.е. в условиях, при которых определяется напряжение Пайерлса-Набарро). Проанализированы реальные значения $\delta_H(0)$ для ряда ГЦК, ОЦК и ГПУ металлов высокой чистоты, а также тугоплавких соединений и ковалентных кристаллов. Показано, что $\delta_H(0)$ существенно различается для материалов с различным типом межатомной связи и может рассматриваться как фундаментальная характеристика материала при дислокационном механизме деформации и обсуждаться для каждого материала одновременно с величиной напряжения Пайерлса-Набарро.

В четвертом разделе разработана методика построения кривых деформации методом индентирования пирамидальными инденторами. Установлено, что для промышленных сплавов (сталей 45, У8 и сплава ВТ6) кривые деформации, полученные методом индентирования, удовлетворительно коррелируют с кривыми деформации, полученными стандартными методами механических испытаний. Во всем диапазоне деформаций удовлетворительная корреляция наблюдается между результатами, полученными стандартными механическими испытаниями и результатами, полученными методом индентирования, которые рассчитаны по соотношению Тэйбора $HM/\sigma_S = 3$.

Впервые методом индентирования изучен механизм пластической деформации интенсивно двойняющихся в процессе деформации сплавов системы Cr-Mn, которые при стандартных механических испытаниях разрушаются хрупко. Применение разработанной методики индентирования с использованием набора пирамидальных алмазных инденторов с различными углами при вершине позволило получить кривые деформации $\sigma - \varepsilon_t$, вплоть до значений $\varepsilon_t = 34\%$.

В пятом разделе исследовалось влияние пористости на твердость карбидокремниевой керамики SiC в широком интервале температур (20...900 °C). Предложена схема температурной зависимости твердости

материалов с высоким уровнем напряжения Пайерлса-Набарро, в которой на различных температурных участках твердость определяется одним из процессов: пластической деформацией, фазовым переходом под давлением, хрупким разрушением или двойникованием.

В шестом разделе методом индентирования исследовались особенности локальной пластической деформации при пробивании мишени из сплава АМг5 для понимания механизмов деформации при ударном нагружении кинетическим ударником. Были получены карты распределения микротвердости HV , пластической деформации ε_p и характеристики пластичности δ_H вблизи канала проникания в мишени после динамического нагружения кинетическим ударником. Показано, что вблизи канала проникания кинетического ударника в мишень формируется зеренная и дислокационная структура, которая соответствует пластической деформации сжатием $> 40\%$.

В выводах сформулированы основные результаты, полученные в работе.

1 ИНДЕНТИРОВАНИЕ. ФИЗИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ. ПРАКТИЧЕСКОЕ ПРИМЕНЕНИЕ

1.1 Основные методы определения твердости

«Твердость – способность материала оказывать сопротивление упругопластическому деформированию или хрупкому разрушению при локальном нагружении. Вклад различных составляющих в сопротивление материала деформированию зависит как от свойств материала, так и от условий деформирования (температуры и скорости индентирования, типа индентора, времени выдержки индентора под нагрузкой и т.п.)» [Энциклопедический словарь: Неорганическое материаловедение 2008, 1].

Специфика испытаний на твердость заключается в локальном нагружении индентором небольшой части поверхности, т.е. деформация малого объема материала. Испытания на твердость позволяют исследовать поверхность тел различной формы и размеров, что делает этот метод незаменимым неразрушающим способом автоматического массового контроля качества материала, правильности технологической обработки изделий и деталей в производственных условиях, в том числе на поточных линиях. Особенности напряженного состояния при индентировании позволяют проводить испытания на твердость и микротвердость на широком круге материалов от самых мягких (легкоплавкие металлы, графит) до сверхтвердых (алмаз, нитриды, бориды, тугоплавкие соединения). Кроме того, метод индентирования наиболее легко поддается дистанционному управлению, что имеет большое значение для тепловых и атомных станций. В настоящее время индентирование стало самым быстрым тестовым методом определения механических свойств материалов.

В 1811 г. Фридрихом Моосом был предложен первый эмпирический способ определения относительной твердости материалов методом царапания по системе мягче-тверже. В качестве эталонов были приняты 10 минералов, расположенных в порядке возрастающей твердости (от талька – 1 до алмаза – 10), металлы в этой шкале заняли промежуточную позицию (8...4). Этот метод не потерял своей актуальности и в настоящее время продолжает широко применяться в минералогии.

С тех пор появились новые методы и направления изучения материалов методом индентирования, а также широко расширилась инструментальная база исследований твердости.

Твердость измеряют в трёх диапазонах: макро, микро и нано. Макродиапазон регламентирует величину нагрузки на индентор от 2 Н до 30 кН. Микродиапазон – до 2 Н и глубину внедрения индентора больше 0,2 мкм и нанодиапазон регламентирует только глубину внедрения индентора, которая должна быть меньше 0,2 мкм [2].

Инструментальными методами индентирования, когда при непрерывном измерении текущих значений нагрузки регистрируется величина перемещения индентора, изучается как восстановленная (после снятия нагрузки), так и невосстановленная (в процессе нагрузки) твердость.

При расчете различают также поверхностную (отношение нагрузки к площади поверхности отпечатка), проекционную (отношение нагрузки к площади проекции отпечатка) и объемную твердость (отношение нагрузки к объему отпечатка).

Методы измерения твердости делятся на две основные категории: статические и динамические.

Из статических методов наиболее распространены метод Бринелля, Роквелла и Виккерса. Эти методы в настоящее время являются классическими, широко применяются на практике и гостированы [3-8], а также хорошо описаны в литературе [9-12].

По Бринеллю – твердость определяется по диаметру отпечатка, оставляемым стальным шариком (диаметром 10; 5 или 2,5 мм) - индентором, вдавливаемым в материал под нагрузкой P . Числа твердости HB , приблизительно пропорциональные пределу прочности на растяжение катаных сталей и некоторых других сплавов, записывают без единиц измерения ($\text{кгс}/\text{мм}^2$) и подсчитывают по формуле

$$HB = \frac{2P}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})}, \quad (1.1)$$

где D – диаметр шарика; d – диаметр отпечатка. При $D = 10$ мм, толщине образца более 6 мм и нагрузке 30000 Н у чугуновых отливок средней твердости $HB \approx 1,60$ ГПа; у закаленной стали с 0,4 % С число $HB \approx 2,00$ ГПа. При выборе условий испытаний следят за тем, чтобы толщина образца, как минимум, в 8 раз превышала глубину вдавливания индентора и контролируют диаметр отпечатка так, чтобы $0,24D < d < 0,6D$. Этим достигается подобие напряженно-деформированного состояния в материалах, близких по свойствам. Методом Бринелля измеряют твердость материалов в пределах значений HB от 0,08 до 4,50 ГПа. Недостатками при определении твердости по Бринеллю является то, что можно измерять твердость материалов только до 450 HB (нельзя испытать твердость закаленной стали, твердых сплавов, керамических материалов); при вдавливании индентора по краям отпечатка из-за выдавливания материала образуются навалы и наплывы, что затрудняет измерение как диаметра, так и глубины отпечатка; из-за большого размера тела внедрения (шарика) метод неприменим для тонких образцов.

При определении твердости материалов по Роквеллу индентором служит стальной шарик диаметром 1/16 дюйма (1,588 мм) или алмазный конус с углом 120° и закругленной вершиной (радиус закругления 0,2 мм). Индентор вдавливают в материал сначала с силой 100 Н, а затем с силой, которую выбирают в зависимости от применяемого индентора и ожидаемой

твердости материала. За единицу твердости принимают безразмерную величину, соответствующую перемещению индентора на 0,002 мм после удаления основной нагрузки при действии предварительной. На практике числа читаются непосредственно на циферблате индикатора прибора, измеряющего осевое перемещение индентора и имеющего три шкалы, предназначенные для испытания сверхтвердых материалов (шкала А), материалов средней и высокой твердости (шкала С) и материалов низкой твердости (шкала В). При исследовании сверхтвердых материалов, а также материалов средней и высокой твердости используют конус, при изучении материалов низкой твердости – шарик. Соответствующие величины основных нагрузок – 600; 1500 и 1000 Н, соответствующие обозначения чисел твердости – *HRA*, *HRC* и *HRB*. Метод определения твердости по Роквеллу также не является универсальным, т.к. не позволяет измерять твердость хрупких материалов (полупроводники, абразивные материалы, структурные составляющие композиционных материалов), вследствие того, что применяемые нагрузки для прибора Роквелла слишком велики для этих целей и вызывают разрушение материала.

При определении твердости по Виккерсу используют индентор в виде правильной четырехгранной пирамиды с углом между противоположными гранями 136° . Числа твердости подсчитывают как отношение нагрузки на индентор к площади отпечатка

$$HV = 1,854P / d^2, \quad (1.2)$$

где d – диагональ отпечатка твердости. Величина нагрузки от 50 до 1200 Н. Применение алмазной пирамиды обеспечивает геометрическое подобие отпечатков при любых нагрузках, вследствие чего числа твердости HV в большом диапазоне изменения нагрузок слабо зависят от их величины. Числа твердости HV и HB практически совпадают в диапазоне их значений до 4 ГПа. Испытание твердости по Виккерсу, особенно благодаря появлению приборов для определения микротвердости, приобрело характер наиболее

универсального способа, т.к. используя нагрузки 0,01...2 Н, стало возможным измерять твердость самых хрупких материалов, фазовых составляющих, покрытий, тонких слоев, а также новых синтезированных материалов, полученных в малых объемах.

Динамические методы исследования твердости применяют для определения динамических характеристик материала, а также в тех случаях, когда использование статических методов нецелесообразно или невозможно (например, при испытании крупных частей машин или деталей, установленных на станках, при сортировке полуфабрикатов на складе без их перемещения). Одни из них основаны на нанесении отпечатка шариком при ударной нагрузке (твердость определяется как сопротивление материала пластическому деформированию при ударе), другие – на отскоке от материала свободно падающего бойка (метод Шора) или маятника с бойком (твердость определяется как сопротивление материала упругому или упругопластическому деформированию).

Конкретный способ определения твердости выбирается исходя из свойств материала, задач измерения, условий его проведения, имеющейся аппаратуры и др.

В настоящее время существуют приближенные таблицы, построенные по результатам экспериментальных тестов и связывающие между собой шкалы отдельных методов определения твердости разных групп материалов. Не существует прямой взаимосвязи между разными шкалами и методами определения твердости, однако попытки создать теории, позволяющие расчетным методом перейти от одного способа определения твердости к другому, предпринимаются [13, 14].

1.2 Физические основы индентирования материалов

1.2.1 Определение механических свойств по твердости. Корреляция между твердостью и пределом текучести материалов

Согласно Я.Б. Фридману [11]: «...физическая природа твердости определяется зависимостями, связывающими ее с характеристиками прочности и пластичности или разрушения».

Классическая работа Генриха Герца (1881 г.), решившего основную контактную задачу теории упругости о распределении и величине напряжений и деформаций при сжатии шара или эллипсоида с плоскостью, послужила отправным пунктом развития физической теории твердости.

Возможность определения механических свойств по измерениям твердости впервые была показана Юханом Августом Бринеллем в 1911 г. [15]. В последующих работах Н.Н. Давиденкова, Н.С. Курнакова, М.М. Хруцова были развиты теоретические основы испытания на статическую и динамическую твердость, а также установлена связь параметров твердости с другими механическими характеристиками материалов. Определение механических свойств материалов методом индентирования развивалось М.П. Марковцом, М.С. Дроздом, С.С. Васаускасом, В.К. Григоровичем, Ю.С. Боярской, Ю.В. Мильманом, Б.А. Галановым, О.Н. Григорьевым, С.Н. Дубом, Ю.И. Головиным, С.И. Булычковым, В.П. Алехиным и другими исследователями. За рубежом состояние исследований в области твердости отражено в монографиях Д. Тэйбора, О'Нейля, Вильямса, а также в работах Вилшоу, Лауна, Эванса и др.

По М.П. Марковцу [10]: «испытание на твердость, вернее на вдавливание, можно рассматривать как одну из разновидностей механических испытаний». Это связано с тем, что при увеличении нагрузки на индентор материал, как и при любом другом виде механических испытаний, последовательно претерпевает 3 стадии: упругую, упруго-

пластическую и разрушение. Специфика испытаний заключается в использовании определенного типа индентора, а также в той области кривой деформации, в которой происходит вдавливание, т.е. можно определять механические характеристики сопротивления упругому, пластическому деформированию и разрушению.

В работе И.П. Стоева и В.И. Мощенка [16] проанализированы практически все методы определения механических характеристик металлов с помощью измерения твердости методом шариковой пробы (по Брюнеллю). Показано, что наиболее высокую точность определения предела прочности (временным сопротивлением σ_b) и предела текучести ($\sigma_{0,2}$) дают методы, предложенные М.П. Марковцом, в которых определение предела прочности основано на точном измерении максимальной твердости, а при определении предела текучести сопоставляются напряжения и величины твердости ($H_{0,2}$), полученные при одинаковой остаточной деформации в образце и лунке 0,2 %. В настоящее время метод определения $\sigma_{0,2}$ по $H_{0,2}$ гостирован (ГОСТ 22762-77 [17]), однако расчет значений $\sigma_{0,2}$ можно проводить только для конструкционных материалов, твердость которых на пределе текучести не превышает 1,75...2 ГПа.

В работе было показано в [18], что корреляция между твердостью и пределом прочности σ_b наблюдается только для некоторых металлов, например, для железа и мягкой стали, где деформация до достижения предела прочности составляет 7...18 %, т.е. близка к деформации при индентировании. В связи с параболическим характером кривой упрочнения особенно существенно упрочнение на первых стадиях деформации, а после $\varepsilon_t = 10$ % оно обычно значительно ниже. Это и обуславливает некоторую корреляцию между твердостью и временным сопротивлением σ_b , хотя в общем случае твердость коррелирует с условным пределом текучести σ_s , соответствующим деформации ε_s , достигаемой при индентировании.

В связи с тем, что при использовании сферических инденторов нарушается условие постоянства деформации под индентором, а также с учетом того, что расчеты предела текучести проводятся для металлов с ограниченной твердостью, исследование материалов пирамидальными инденторами представляется наиболее достоверным.

В 1951 г. Д. Тэйбором [19, 20] было показано, что твердость, определяемая при индентировании, соответствует (с некоторым коэффициентом пропорциональности) условному пределу текучести материала при деформации, равной средней деформации материала на контактной площадке индентер – образец. При этом твердость соответствует напряжению течения с учетом деформационного упрочнения образца. Следовательно, твердость по Виккерсу коррелирует с пределом текучести, соответствующим примерно 8 % деформации сжатия $\sigma_{8\%}$ и для случая индентора Виккерса под σ_s следует понимать $\sigma_{8\%}$. Таким образом, напряжение течения σ_s должно определяться при той степени деформации, которая наблюдается при индентировании. Для пластичных металлов между твердостью по Мейеру (HM) (см. раздел 1.2.2) и напряжением течения σ_s было получено соотношение

$$\sigma_s \approx HM/3. \quad (1.3)$$

В работе [19] также было показано, что для некоторых углеродистых сталей временное сопротивление σ_b также достигается при деформации близкой к 8 %.

В работах Марша, Джонсона и Танака было выполнено дальнейшее развитие представлений о связи твердости с пределом текучести для широкого класса материалов (включая керамику, высокотвердые и малопластичные материалы).

Так в теории Марша [21]

$$\frac{HV}{\sigma_s} = 0,28 + 0,60 \ln \left(\frac{3}{4+\nu} \right) \frac{E}{\sigma_s}, \quad (1.4)$$

где E и ν – модуль Юнга и коэффициент Пуассона исследуемого материала.

В соответствии с теорией Джонсона [22]

$$\frac{HM}{\sigma} = \frac{2}{3} \left(1 + \ln \frac{E_{ef} \operatorname{ctg} \gamma}{3\sigma} \right), \quad (1.5)$$

здесь γ – угол при вершине индентора и E_{ef} – эффективный модуль Юнга контактной пары индентор-образец

$$\frac{1}{E_{ef}} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i}, \quad (1.6)$$

где ν , ν_i и E , E_i – значение коэффициента Пуассона и модуля Юнга для материала образца и эти же характеристики для материала индентора (индекс i).

При этом $HM/\sigma = 1$ для упругой деформации и $HM/\sigma = 3$ для полностью пластической деформации. Условие полностью пластической деформации достигается в случае $\frac{E_{ef} \operatorname{ctg} \gamma}{\sigma} = 40$.

Для металлов, у которых доля упругой деформации под индентором Виккерса невелика, их поведение в процессе деформации индентором близко к полной пластичности, поэтому в теории Джонсона отношение $\frac{HM}{\sigma} \approx 3$, также как и в теории Тэйбора. Для керамики и других высокотвердых и малопластичных материалов $1 < HM/\sigma < 3$.

По теории Танака [23]

$$\frac{HM}{\sigma} = \frac{2}{3} \left[1 + \frac{3}{2} \alpha + \ln \left(\frac{E \sqrt{\pi} \operatorname{ctg} \gamma}{12(1-\nu)} \right) \right], \quad (1.7)$$

где константы α принимаются $\alpha = 1$ – для металлов и $\alpha = 1/3$ – для керамик.

Таким образом, для большого класса материалов при расчетах предела текучести по твердости при индентировании пирамидальными инденторами следует использовать формулы (1.3) – (1.7).

1.2.2 Степень деформации при индентировании пирамидальными инденторами

Теория упругого взаимодействия жесткого индентора с пластическим отпечатком, создаваемым в каждый момент на предшествующем этапе деформации, развита в работах [24, 25], в которых было приведено ее экспериментальное подтверждение при исследовании микротвердости по глубине внедрения. Основное положение теории состоит в том, что внедрение индентора сопровождается упруго-пластической деформацией материала под индентором и в прилегающих областях. В [24, 25] учитывалось, что в каждый момент деформации индентор взаимодействует упруго не с плоской поверхностью образца, а с отпечатком, созданным на предшествующей стадии нагружения. Предполагалось, что пластическая деформация индентора отсутствует (что обеспечивается высокой твердостью индентора, существенно превышающей твердость материала), а упругая деформация мала по сравнению с деформацией материала (что обеспечивается высоким модулем Юнга индентора). Поэтому наилучшим материалом для изготовления инденторов являются монокристаллы алмаза с твердостью $HV \approx 100$ ГПа и высоким значением модуля Юнга 1200 ГПа. Наиболее широкое использование получили алмазные пирамидальные инденторы Виккерса (см. раздел 1.1) и Берковича, который представляет собой трехгранную алмазную пирамиду с углом между гранями и осью индентора 65° . Индентор Берковича обычно широко применяется при измерении нанотвердости, это связано с тем, что при изготовлении пирамидального индентора три грани легче свести в одну точку, чем четыре.

На рис. 1.1 приведена схема индентирования, на которой отмечены S – площадь поверхности отпечатка твердости под нагрузкой, а F – проекция этого отпечатка на поверхность образца, $f = ctg\gamma_{max}(|x_1|, |x_2|)$ – зазор между индентором и плоскостью $x_3 = 0$ до деформации. Чем мягче материал, тем

больше размер отпечатка при заданной нагрузке P . При разгрузке происходит упругое восстановление образца и отпечаток, в случае индентирования пирамидой Виккерса, имеет вид четырехгранной пирамиды, а в проекции на поверхности получается четырехугольник с диагональю d .

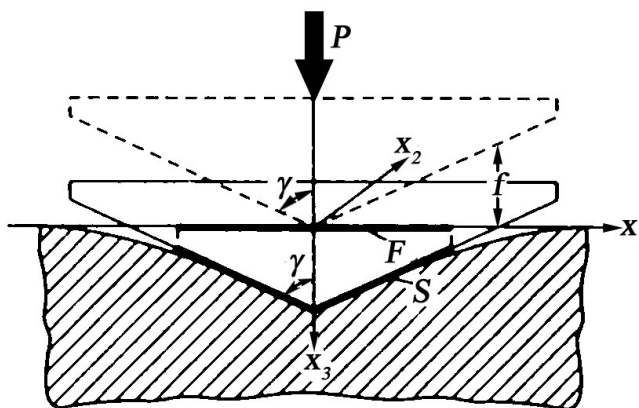


Рисунок 1.1 – Геометрическая схема внедрения пирамидального индентора в поверхность образца $x_3 = 0$ в декартовой системе координат $(0, x_1, x_2, x_3)$ [26]

При внедрении пирамидального индентора под действием постоянной нагрузки P среднее давление возникающее в зоне контакта рассчитывается как $\langle p \rangle = P/F$. На начальных этапах внедрения значение F очень мало ($F \rightarrow 0$ в момент касания индентора с поверхностью) и давление $\langle p \rangle$ намного превышает предел текучести. По мере внедрения индентора значение F увеличивается, а $\langle p \rangle$ снижается и при некотором значении F давление $\langle p \rangle$ уравнивается сопротивлением материала пластической деформации. Дальнейшее внедрение индентора может происходить за счет процессов ползучести. Для большинства конструкционных материалов скорость ползучести при комнатной температуре невелика и можно считать, что индентор останавливается через некоторое время (10...15 с) после приложения нагрузки. Значение $\langle p \rangle$ в момент перехода от активной деформации к деформации ползучести (в момент остановки индентора)

соответствует величине твердости по Мейеру (HM), которая является средним контактным давлением $\langle p \rangle$

$$\langle p \rangle = HM = \frac{P}{F}. \quad (1.8)$$

Твердость по Мейеру может быть пересчитана на твердость по Виккерсу HV или по Берковичу HB :

$$HV = \frac{P}{S} = HM \sin \gamma = 1,854 \frac{P}{d^2} \quad (1.9)$$

и

$$HB = \frac{P}{S} = HM \sin \gamma = 0,906 \frac{P}{F}. \quad (1.10)$$

В работе [39] было показано, что общая деформация под пирамидальным индентором определяется, в основном, углом γ между гранью индентора и его осью и может быть оценена из выражения

$$\varepsilon_t \approx \ln \sin \gamma. \quad (1.11)$$

Было показано, что для индентора Виккерса $\gamma = 68^\circ$ и $\varepsilon_t \approx 7,6\%$. Близкие оценки общей деформации под индентором ε_t были получены ранее Д. Тэйбором [19] $\varepsilon_t = 8\%$ и К. Джонсоном [22] $\varepsilon_t = 7\%$.

Так как общая деформация под индентором (ε_t) является упругопластической, то

$$\varepsilon_t \approx \varepsilon_e + \varepsilon_p, \quad (1.12)$$

где ε_e и ε_p – упругая и пластическая деформация соответственно. Распределение деформации под индентором имеет сложный характер [22], однако ситуация облегчается тем, что само значение твердости HM является контактным давлением $\langle p \rangle$, усредненным по площадке контакта, и используются значения деформаций усредненных по контактной площадке индентор – образец.

В работе [26] была рассчитана средняя (по площадке контакта индентора с отпечатком) упругая деформация ε_e , направленная вдоль приложения нагрузки, из закона Гука

$$\varepsilon_e \equiv \langle \varepsilon_{33}^e \rangle = \frac{1}{E} [\langle \sigma_{33} \rangle - \nu (\langle \sigma_{11} \rangle + \langle \sigma_{22} \rangle)] \quad (1.13)$$

(направления координатных осей см. рис. 1.1). Угловыми скобками обозначены средние по площадке контакта величины.

Напряжения $\langle \sigma_{33} \rangle$ и $\langle \sigma_{11} + \sigma_{22} \rangle$ были выражены через среднее контактное давление $\langle p \rangle$ в соответствии с [22]

$$\langle \sigma_{33} \rangle = -\langle p \rangle, \quad (1.14)$$

$$\langle \sigma_{11} + \sigma_{22} \rangle = -(1 + 2\nu)\langle p \rangle. \quad (1.15)$$

Из выражений (1.8), (1.14) и (1.15) в (1.13), следует

$$\langle \varepsilon_{33}^e \rangle = -\frac{HM}{E} (1 - \nu - 2\nu^2). \quad (1.16)$$

Тогда для индентора Виккерса с учетом (1.12)

$$\varepsilon_e = \langle \varepsilon_{33}^e \rangle = -1,08 \cdot (1 - \nu - 2\nu^2) \frac{HV}{E}. \quad (1.17)$$

Эти соотношения (1.16) и (1.17) можно рассматривать как закон Гука в условиях локального нагружения индентором, позволяющий рассчитать среднюю упругую деформацию контактной площадки ε_e .

Выполненные расчеты не учитывают возникающее при взаимодействии с высокотвердыми материалами притупление индентора, так как у этих материалов под индентором доля упругой деформации ε_e оказывается достаточно большой, а доля пластической деформации ε_p – мала. Поэтому полученные в [26] выражение (1.11) для определения деформаций требует дополнительного уточнения и развития теории.

1.3 Масштабная зависимость твердости. Размерный эффект

К настоящему времени существует большое количество работ [27-38], в которых показано, что измеряемая твердость зависит от нагрузки, прикладываемой к индентору. Такая зависимость получила название размерного эффекта. При этом характер зависимости твердости от нагрузки определяется формой индентора:

- для сферического индентора – с увеличением нагрузки твердость увеличивается – обратный размерный эффект (reverse indentation size effect);
- для пирамидальных инденторов Виккерса или Берковича – с увеличением нагрузки твердость уменьшается – прямой или просто размерный эффект (indentation size effect);
- для сфероконического индентора (типа конуса для твердомера Роквелла) – с увеличением нагрузки твердость сначала увеличивается, когда внедряется сферическая часть индентора, а затем начинает уменьшаться (для сфероконической части индентора).

Остановимся на более подробном исследовании материалов пирамидальными инденторами и прямом размерном эффекте.

Очень часто данные твердости материала бывают получены в разных диапазонах нагрузки на индентор, поэтому для корректного сравнения данных исследований твердости материалов необходимо пользоваться формулами, позволяющими пересчитывать твердость с одной нагрузки на другую или с одного размера отпечатка твердости на другой. Резкого перехода от нанотвердости к микротвердости и к макротвердости нет. При снижении нагрузки P и уменьшении диагонали d твердость (и микро-, и нанотвердость) плавно возрастают. Особенно существенно это для малопластичных материалов, микротвердость которых определяют при

малых значениях d (около 10 мкм) и для нанотвердости, где зависимость твердости от нагрузки оказывается более резкой (рис. 1.2 [36]).

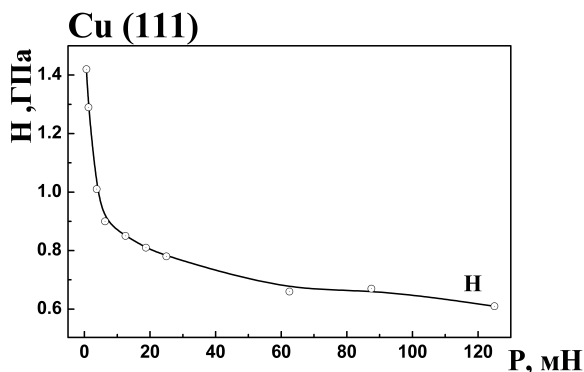


Рисунок 1.2 – Влияние нагрузки на индентор P на величину нанотвердости H на монокристалле меди (111) [36]

В работах [33, 34] пластическая деформация материала при индентировании описывается ротационной моделью Л.М. Брауна, при этом пластическое течение рассматривается как сдвиг вдоль полукруглых поверхностей скольжения с центром в вершине индентора. При таком механизме деформации возникают геометрически необходимые дислокации для изменения формы образца в процессе пластической деформации. Размерный эффект объясняется в этой модели за счет увеличения плотности дислокаций в связи с уменьшением размера отпечатка, и движением дислокаций по меньшему кругу скольжения.

В наиболее известной и часто используемой модели Никса и Гао [35] предполагается, что индентирование сопровождается формированием дислокационных петель геометрически необходимых дислокаций, с вектором Бюргерса b , нормальным к поверхности образца. Было получено выражение

$$\frac{H}{H_0} = \sqrt{1 + \frac{\rho_G}{\rho_S}} = \sqrt{1 + \frac{h_0}{h}}, \text{ т.е. } H^2 \sim \frac{1}{h}, \quad (1.18)$$

где H – твердость при глубине отпечатка h , H_0 – твердость в отсутствие геометрически необходимых дислокаций, ρ_G – плотность геометрически

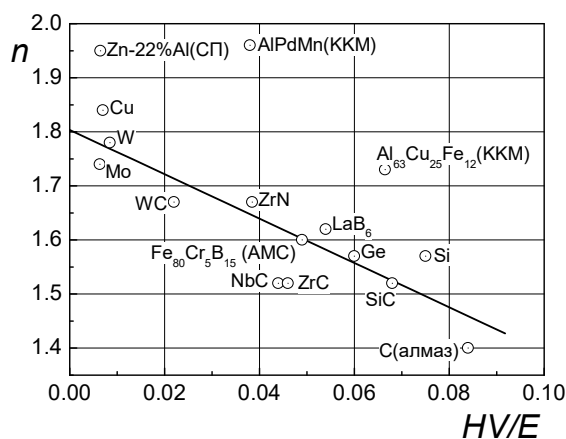
необходимых дислокаций, ρ_S – плотность статистически распределенных дислокаций и h_0 – размерный параметр зависимости ρ_S через H_0 .

Зависимость подобного типа была подтверждена в ряде работ, в частности для меди [35]. Приведенные модели являются довольно удачным, но только в первом приближении к дислокационному механизму деформации при индентировании, тем более, что механизмы деформации могут существенно отличаться для различных кристаллических и некристаллических материалов. По этой причине трудно использовать приведенные выше уравнения для пересчета твердости и нанотвердости с одной нагрузки на индентор на другую.

Экспериментальные зависимости деформирующей нагрузки P от размера диагонали отпечатка d хорошо описываются законом Мейера (по работе [27])

$$P = p(d/d_0)^n, \quad (1.19)$$

где d_0 – единичная диагональ отпечатка, величина p имеет физический смысл нагрузки, необходимой для такого внедрения индентора, чтобы диагональ отпечатка $d = d_0$. Параметр n , как правило, несколько меньше двух, причем для кристаллических материалов, чем выше отношение HV/E , тем ниже n (рис. 1.3).



АМС – аморфные металлические сплавы, СП – сверхпластичный сплав,

ККМ – квазикристаллические материалы.

Рисунок 1.3 – Градуировочный график для приближенного определения параметра n по отношению HV/E [39]

В работе [27] было получено выражение, которое позволяет пересчитывать твердость HV_1 , полученную при нагрузке P_1 , на твердость HV , полученную при нагрузке P

$$HV = HV_1(P/P_1)^{1-\frac{2}{n}}. \quad (1.20)$$

В [36] рассматривается более общий феноменологический подход к размерному эффекту, не требующий знания дислокационного механизма деформации при индентировании и природа масштабной зависимости твердости обсуждается в связи с соотношением упругой ε_e и пластической ε_p деформации материала под индентором. При уменьшении размера отпечатка твердости (или при снижении нагрузки P) пластическая деформация ε_p под индентором затрудняется и снижается. Затруднение пластической деформации обусловлено ростом плотности дислокаций, затруднением в работе дислокационных источников, а также уменьшением средней длины пробега дислокации. В то же время упругая деформация ε_e определяется законом Гука (1.16) и не зависит от размера отпечатка. При использовании пирамидальных инденторов, для которых $\varepsilon_t = \varepsilon_e + \varepsilon_p \approx const$, снижение величины ε_p приводит к росту ε_e и, следовательно, согласно с (1.16) к увеличению твердости.

В работе [36] было получена формула, которая позволяет пересчитывать нанотвердость H_1 , измеренную при глубине внедрения индентора h_1 на твердость H_2 при некоторой другой глубине h_2

$$H_2 = H_1(h_2/h_1)^i, \quad (1.21)$$

где $i = const = n - 2$. При измерении микротвердости выражение (1.22) может быть преобразовано в

$$H_2 = H_1(d_2/d_1)^i, \quad (1.22)$$

где H_1 , H_2 и d_1 , d_2 – твердости и диагонали отпечатков при нагрузках P_1 и P_2 соответственно.

Таким образом, для сравнения твердостей широкого круга материалов необходимо обязательно учитывать и исключать влияние размерного эффекта, т.е. проводить сравнения при одинаковых нагрузках на индентор или пересчитывать значения твердостей на одну и ту же нагрузку. Предложенный в работе [36] метод устранения размерного эффекта предлагает проводить измерение нанотвердости при одном фиксированном значении глубины внедрения h (или при одинаковом размере отпечатка твердости d при измерении микротвердости), что закладывается в программу измерения на современных приборах нанотвердости.

1.4 Температурная зависимость твердости. Температурные интервалы холодной, теплой и горячей деформации. Определение параметров термоактивируемого процесса пластической деформации методом индентирования

Долгое время физическая природа резкой температурной зависимости напряжения течения σ_S в ОЦК переходных металлов обсуждалась с разных позиций и оставалась открытым вопросом. В [40, 41] показано, что резкая температурная зависимость $\sigma_S(T)$ в ОЦК переходных металлах, в особенности в металлах VI группы (Cr, Mo, W) обусловлена наличием ковалентной составляющей в межатомной связи, т.е. высоким напряжением Пайерлса-Набарро. В ряде случаев изучить $\sigma_S(T)$ удавалось только путем измерения $H(T)$, т.к. при механических испытаниях металлы разрушались хрупко при $\sigma < \sigma_S$. Такой подход нам представляется наиболее интересным потому, что на ряде кристаллов было показано соответствие результатов температурной зависимости предела текучести с экспериментальными данными температурной зависимости твердости, что в дальнейшем было использовано для описания хрупких и малопластичных материалов [41].

Физическое представление о верхнем и нижнем пределах текучести довольно сложное. Кроме того, они могут быть строго определены только в том случае, когда на кривой деформации проявляется так называемое явление текучести. Проявление этого эффекта сильно зависит от типа кристаллической решетки, структурного состояния, температуры испытания и скорости деформации. Поэтому метод определения условного предела текучести, например σ_S (или соответствующего напряжения сдвига τ), является более универсальным.

В [41] предложен метод описания температурной зависимости условного предела текучести (соответствующего некоторой малой, но постоянной степени деформации $\dot{\epsilon}$) в рамках представлений о термически-активируемом преодолении дислокациями потенциальных барьеров.

На рис. 1.4 представлена схема зависимости предела текучести σ_S и твердости HV для ОЦК-металлов от гомологической температуры $t = T/T_m$ (T_m и T – температуры плавления и испытания, К), использование которой позволяет сравнивать физические свойства различных материалов при равных гомологических температурах.

На схеме нанесены значения характеристической температуры деформации t^* и температуры начала рекристаллизации t_r , которые разделяют температурные интервалы холодной, теплой и горячей деформации [43-45].

Характеристическая температура деформации кристаллов t^* была введена в [46, 47] и определяется как температура, при которой сопротивление кристаллической решетки движению дислокаций становится существенным и вызывает резкий рост предела текучести и твердости при снижении температуры ниже t^* . Значение t^* рассчитывается

$$t^* \approx 0,22 \sqrt{U/kT_m}, \quad (1.23)$$

где U – энергия активации движения дислокаций в кристалле; k – постоянная Больцмана.

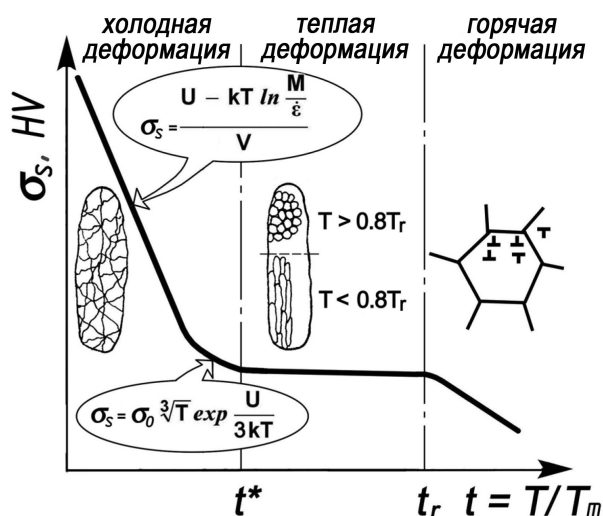


Рисунок 1.4 – Схема температурной зависимости предела текучести и твердости тугоплавких металлов. Отмечены области холодной, теплой и горячей деформации [42]

В [40, 47, 48] было показано, что характеристическая температура деформации t^* определяет степень направленности межатомной связи с точки зрения механических свойств кристаллов, что позволяет их классифицировать. Высокое значение ($t^* \approx 0,85$) имеют кристаллы (Si, Ge) с чисто ковалентной межатомной связью, у карбидов переходных металлов $t^* = 0,5...0,7$ и для переходных металлов с ОЦК решеткой (Mo, Ta, W, V, Nb, Ta) $t^* \approx 0,2$, т. е. для этих металлов отмечается направленность межатомной связи, хотя ее степень ниже, чем в других кристаллических материалах с высоким напряжением Пайерлса-Набарро. В ГЦК металлах $t^* \rightarrow 0$.

Остановимся подробнее на процессах, происходящих в материалах в разных температурных интервалах деформации.

Горячая деформация выше температуры рекристаллизации, при которой образуются равноосные зерна с низкой плотностью дислокаций и низким уровнем внутренних напряжений. Эта деформация часто используется для первичной обработки давлением литого металла. Но при такой деформации ОЦК-металлов не удастся сформировать структуру и дислокационную

субструктуру, обеспечивающих оптимальный уровень механических свойств. При теплой и холодной деформации рекристаллизация не происходит и после такой деформации зерна вытягиваются в направлении деформации и изменяют свою форму также как весь образец в соответствии с принципом Тэйлора и Поляни [45]. Характер формирующейся субструктуры оказывается существенно различным выше и ниже t^* .

При теплой деформации ($t^* < t < t_r$) формируются дислокационные субграницы и с участием как трансляционных, так и поворотных мод деформации [49, 50] по достижении некоторой критической степени деформации ε_c формируется ячеистая дислокационная субструктура и $\varepsilon_c \sim \sigma_{ef}^2 d$ (σ_{ef} – это эффективное напряжение течения, d – размер зерна). Резкий рост предела текучести ниже t^* сильно увеличивает ε_c и обычно ε_c не достигается в связи с процессом разрушения [40, 44].

Деформационное упрочнение при теплой деформации высокое для степеней деформации $\varepsilon < \varepsilon_c$, а затем существенно снижается. Разрушение в этом температурном интервале обычно имеет вязкий или квазихрупкий характер.

Разориентация дислокационных ячеек существенно возрастает с ростом степени деформации [49, 50] и при определенной разориентации соседних ячеек θ_c субграницы становятся непрозрачными для скользящих дислокаций, т.е. начинают играть роль границ зерен. По оценке [40] $\theta_c \approx 4^\circ$ для тугоплавких ОЦК металлов, при этом θ_c зависит от типа границы. Таким образом, формирование дислокационной субструктуры в виде ячеистой дислокационной структуры может привести к созданию сверхмелкозернистого материала с размером ячейки равным эффективному размеру зерна $d_{ef} \approx 1$ мкм. На рис. 1.4 показано, что равноосная ячеистая структура формируется только в верхней части температурного интервала теплой деформации, при $T > 0,8T_r$. При более низких температурах

дислокационные ячейки вытянуты вдоль направления деформации, что облегчает развитие интеркристаллитной трещины и вызывает расслоение.

При холодной деформации ($t < t^*$) типичным является хаотическое распределение дислокаций, полигонизация практически отсутствует, деформационное упрочнение оказывается очень сильным, а пластичность до разрушения низкой. Само же разрушение носит обычно хрупкий характер.

Как видно из рис. 1.4, в интервале холодной деформации ($t < t^*$) температурная зависимость предела текучести σ_s и твердости HV имеет линейный, а потом экспоненциальный характер. В настоящее время известно, что основным механизмом пластического течения кристаллических материалов является дислокационный механизм деформации, при котором пластическая деформация обусловлена движением линейных дефектов – дислокаций. При движении дислокаций в кристаллах они преодолевают потенциальные барьеры Пайерлса путем термической активации (рис. 1.5).

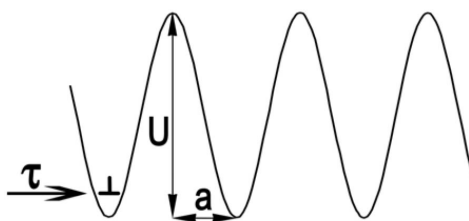


Рисунок 1.5 – Движение дислокаций в потенциальном рельефе Пайерлса [40]

Потенциальные барьеры характеризуются их высотой U и полушириной – a . Для характеристики a измеряют так называемый активационный объем V , поскольку $V \sim a$. Чем выше потенциальный барьер (больше U) и чем он уже (меньше a и V), тем меньше скорость дислокаций в кристалле.

В работе [41] было получено выражение, связывающее критическое напряжение сдвига τ (соответственно $\sigma_{кр}$) с температурой деформации

$$B\dot{\epsilon} \cdot e^{\frac{U}{kT}} \left(\frac{V}{kT} \right)^2 = \frac{V\sigma_{кр}}{kT} \operatorname{ch} \frac{V\sigma_{кр}}{kT} - \operatorname{sh} \frac{V\sigma_{кр}}{kT}, \quad (1.24)$$

где k – постоянная Больцмана; $\dot{\epsilon}$ – скорость деформации; B – константа для данного материала, зависящая от некоторой фиксированной степени пластической деформации ϵ , при которой величина $\sigma_{кр}$ соответствует условному пределу текучести σ_S , пересчитанному на напряжение сдвига τ .

Это выражение значительно упрощается в случае высоких или низких температур и описывает термическую компоненту напряжения течения σ_S с учетом фактора множественности скольжения для поликристаллов.

Рассмотрим более подробно, как практически по температурной зависимости твердости можно определять значения энергии активации U и активационный объем V . Используя соотношение Тэйбора для большинства материалов $H = 3\sigma_S$ (1.3) можно переписать выражение (1.24) для твердости.

При высоких температурах (с учетом $shx \approx x + x^3/6$; $chx \approx 1 + x^2/2$)

$$H_T = C_3 \sqrt{\frac{C_1 \dot{\epsilon} k T}{V}} \exp \frac{U}{3kT} \quad (1.25)$$

и при низких температурах (с учетом $shx \approx chx \approx \frac{e^x}{2}$)

$$H_T = C \frac{(U - kT \ln(M/\dot{\epsilon}))}{V}. \quad (1.26)$$

где H_T – термическая компонента твердости материала; T – температура в градусах К; C , C_1 и M – константы материала.

Согласно схеме температурной зависимости твердости (рис. 1.6) в температурном интервале $0 \text{ К} - T_1$ выполняется уравнение (1.26). Здесь твердость H линейно уменьшается при увеличении температуры. При высоких температурах, выше T_2 выполняется уравнение (1.25), т.е. H экспоненциально зависит от температуры.

По рис. 1.6 экспериментальной зависимости твердости $H(T)$ в широком температурном интервале находят атермическую компоненту твердости H_a и термическую компоненту H_T , как $H_T = H - H_a$.

Для определения энергии активации U используют уравнение (1.25). В соответствии с этим уравнением строят зависимость $\ln(H_T/\sqrt[3]{T})$ от $1/T$. Если температурная зависимость твердости имеет вид, приведенный на рис. 1.6, то в приведенных выше координатах кривая имеет вид, показанный на рис. 1.7.

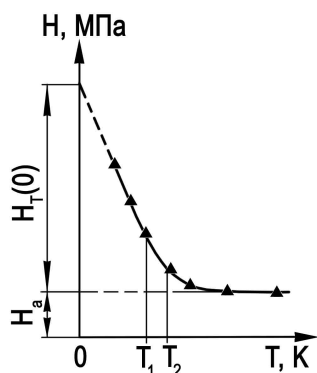


Рисунок 1.6 – Зависимость твердости от температуры [41]

Линейный участок на рис. 1.6 соответствует участку с экспоненциальной зависимостью на рис. 1.7 (выше температуры T_2). На этом участке определяется $\operatorname{tg} \alpha$ из соотношения

$$\operatorname{tg} \alpha = U/3k, \quad (1.27)$$

который определяют высоту потенциального барьера (энергию активации) U .

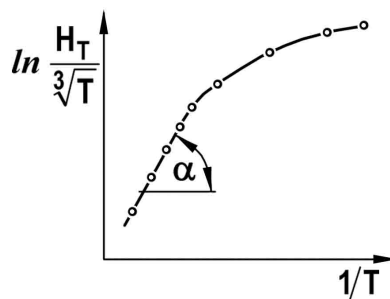


Рисунок 1.7 – Типичная зависимость $\ln \frac{H_T}{\sqrt[3]{T}} = f\left(\frac{1}{T}\right)$ [41]

Для определения величины активационного объема V используют уравнение (1.26). Кривую температурной зависимости твердости (рис. 1.6) экстраполируют на 0 К (экстраполированный участок показан пунктиром). Экстраполяция возможна, т.к. кривая $H(T)$ при низких температурах имеет

линейный характер, что следует из уравнения (1.26) и подтверждается имеющимися экспериментальными результатами.

Из уравнения (1.26) термическая компонента твердости при 0 К определяется

$$H_T(0) = C(U/V). \quad (1.28)$$

$H_T(0)$ для исследуемого материала определяют по зависимости на рис. 1.6, и по выражению (1.28) рассчитывают активационный объем V .

Экспериментальные данные, полученные по описанной методике в работе [40], приведены в табл. 1.1. Из табл. 1.1 видно, что значение энергии активации U для ковалентных кристаллов (Si, Ge) значительно выше значений U для других материалов. Среди металлов наиболее высокое значение U имеют металлы с ОЦК кристаллической решеткой. «Жесткость» кристаллической решетки по отношению к движению дислокаций может быть оценена параметром $\alpha = U/kT_m$: поскольку kT_m можно рассматривать как характеристику силы межатомной связи, а U является высотой потенциального барьера, который должны преодолевать дислокации в процессе их термически активируемого движения. У ковалентных кристаллов и у кристаллов со смешанным типом связи величина α обнаруживает несомненную зависимость от уровня гомеоплярной компоненты. Наиболее высокое значение $\alpha \approx 15$ имеют кристаллы Si и Ge, у которых, по имеющимся представлениям, связь является чисто ковалентной, наиболее жесткой. Известно, что в кристаллах с ковалентной связью вариация обменного интеграла связи при небольших изменениях валентного угла θ пропорциональна θ^2 , т.е. потенциальная энергия системы резко увеличивается при искажении валентных углов в решетке, что необходимо для движения дислокаций.

У соединений типа $A^{III}B^V$ (где помимо гомеоплярной компоненты есть ионная составляющая межатомной связи) параметр α несколько ниже, чем у кристаллов с чисто ковалентной связью. Высокое значение α также у кристаллов Al_2O_3 , где уровень ковалентной составляющей в межатомной связи очень большой. Несколько ниже величина α оказывается у карбидов

переходных металлов, причем у карбидов металлов IVA группы (ZrC, TiC) она выше, чем у карбида металла VA группы NbC и карбида вольфрама WC.

Таблица 1.1 – Энергия активации движения дислокаций U , твердость при 0 К ($H(0)$) и активационный объем V для материалов с различной структурой по [40]

Материал	Кристаллическая структура	U , эВ	$V \cdot 10^{24}$, см ³	α	$H(0)$, ГПа
Cr	ОЦК	0,20	44	1,05	2,17
Mo	ОЦК	0,19	45	0,77	2,1
W	ОЦК	0,49	57,5	1,55	4,1
Nb	ОЦК	0,24	77		1,5
Fe, (C+N)<0,3%	ОЦК	0,22	84		1,25
Si	Решетка алмаза	1,6	55,7	15,1	13,8
Ge	Решетка алмаза	1,5	95	15,3	7,60
Al (99,996%)	ГЦК	0,093	2000		0,004
Cu (99,98%)	ГЦК	0,11	13000		0,026
Ni ₃ Al	Интерметаллид	0,25	57	1,73	6,5
TiAl	Интерметаллид	0,23	103	1,5	4,7
Al ₃ Sc	Интерметаллид	0,25	48	1,8	3,8
InSb	Решетка сфалерита	0,7		10,1	
Al ₂ O ₃	Гексагональная	1,9		9,7	
ZrC	Решетка типа NaCl, ГЦК	3,12		9,5	
TiC	Решетка типа NaCl, ГЦК	2,55		8,4	
NbC	Решетка типа NaCl, ГЦК	1,8		5,7	
WC	Гексагональная	1,87	62	0,31	20,7 $H_a=6$

Для переходных металлов с ОЦК решеткой, имеющих частично ковалентную межатомную связь, $\alpha \approx 1$, т.е. степень направленности межатомной связи ниже, чем в других рассмотренных кристаллах.

Знание параметров термоактивируемого процесса деформации U и V необходимо для понимания физической природы прочности и пластичности материалов. Так, например, близость активационного объема V к значению b^3 (где b – вектор Бюргерса дислокации) свидетельствует о том, что основное сопротивление движению дислокаций обусловлено механизмом Пайерлса, т.е. потенциальными барьерами кристаллической решетки для движения дислокаций. Это типично для металлов с ОЦК решеткой. В то же время высокое значение V (как, например, в металлах с ГЦК решеткой) свидетельствует о других механизмах, определяющих движение дислокаций: например, чужеродные атомы или пересечение с другими дислокациями. Величина параметра α определяет температуру, ниже которой наблюдается резкий рост предела текучести и явление хладноломкости: чем больше величина α , тем выше температура хладноломкости.

1.5 Возможности практического использования методов индентирования для определения свойств материалов

В настоящее время метод индентирования применяется не только для определения и сравнения твердости материалов, но также широко используется для изучения механического поведения и физических процессов, происходящих в материалах при различных условиях их эксплуатации.

Как уже было показано в разделе 1.4 по температурной зависимости твердости можно определять параметры термоактивируемого процесса пластической деформации (энергию активации U и активационный объема V), которые необходимы для понимания физической природы материалов.

В настоящее время метод инструментального индентирования успешно используется для определения модуля Юнга материала [51-53 и др.]. Коэффициент интенсивности напряжений K_{Ic} для хрупких материалов определяется по длине радиальных трещин вокруг отпечатка твердости [54, 55]. Метод длительной горячей твердости позволяет изучать ползучесть материалов и их склонность к сверхпластической деформации [56, 57]. Напряжение разрушения хрупких материалов может быть определено по критической нагрузке, приводящей к образованию кольцевой трещины Герца вокруг отпечатка твердости [54, 58]. В работе [59] на основе инструментального индентирования предложена методология, позволяющая идентифицировать структурное состояние современных материалов разного типа и состава.

Остановимся более подробно на некоторых возможностях практического использования метода индентирования.

1.5.1 Анализ подвижности дислокаций методом индентирования

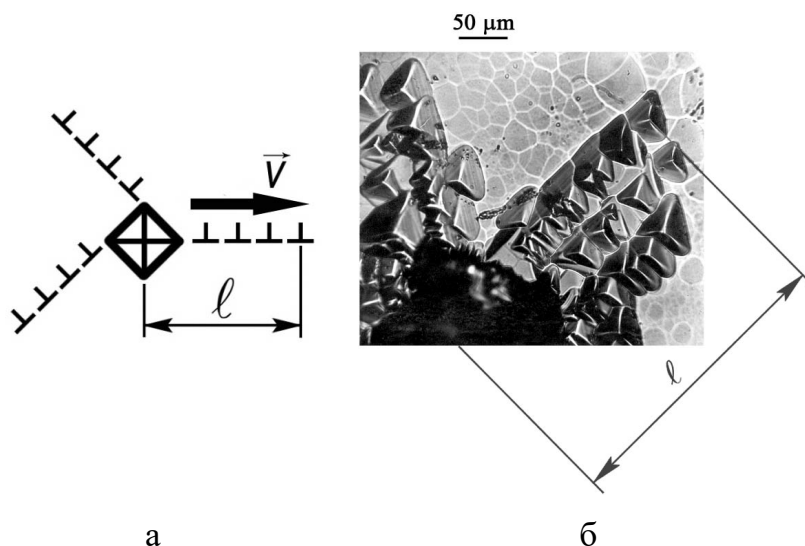
Первоначально исследование подвижности дислокаций в кристаллах выполнялось по методике Гилмана [60], при этом исследовалась подвижность единичных дислокаций в совершенных монокристаллах, что было связано с большими экспериментальными трудностями. В работе [61] разработана методика исследования подвижности дислокаций методом индентирования с последующим изучением длины дислокационных трасс вокруг отпечатка твердости (рис. 1.8).

Достоинство метода состоит в том, что он может быть применен для изучения подвижности дислокаций в широком интервале температур и не требует введения единичных дислокаций. В [61] для монокристаллов было получено уравнение зависимости дислокационных трасс ℓ вокруг отпечатка

микротвердости от нагрузки на индентор P , температуры индентирования T и времени нагружения t

$$\ell = C \cdot P^{\frac{m}{m+1}} \cdot t^{\frac{1}{2m+1}} \cdot \exp\left[-\frac{U}{kT(2m+1)}\right], \quad (1.29)$$

где константа C также рассчитывается в [61]. Видно, что $\ell \sim P^n$.



а – схема исследования, б – фото дислокационных трасс вокруг отпечатка твердости в монокристалле Ge.

Рисунок 1.8 – Определения скорости движения дислокаций по измерению длины дислокационных трасс вокруг отпечатка твердости [61]

Было сделано предположение, что дислокации движутся от индентора в плоских рядах и скорость дислокации при этом определяется выражением

$$v = const \cdot \tau^m \cdot \exp(-U/kT), \quad (1.30)$$

где τ – эффективное напряжение, U – энергия активации движения дислокации.

Параметр m можно определить по уравнению (1.29) из экспериментальных результатов зависимости $\ell \sim f(t)$ или $\ell \sim f(P)$, а также определить энергию активации U из температурной зависимости $\ell \sim f(T)$.

$Const$ в уравнении (1.30) также может быть рассчитана из экспериментальных результатов.

Таким образом, существует возможность рассчитывать скорость дислокаций v для различных температур.

В работе [61] для монокристаллов Si, Ge и InSb была экспериментально подтверждена экспоненциальная зависимость ℓ от обратной температуры $1/T$ в уравнении (1.29) и была вычислена энергия активации движения дислокаций U : 2,24; 1,64 и 0,6 эВ для Si, Ge и InSb соответственно. Эти величины U хорошо соответствовали значениям, полученным в опытах по прямому определению скорости единичных дислокаций.

По изложенной методике в [62] изучалась подвижность дислокаций в монокристалле C_{60} (фуллерен), был определен параметр $m = 2,3$, энергия активации движения дислокаций $U = 0,4$ эВ. В работе [63] изучалась подвижность дислокаций в монокристалле корунда Al_2O_3 и найдено значение $m = 2,1$ и энергии активации $U = 2,4$ эВ.

1.5.2 Применение метода индентирования для изучения фазовых превращений

При индентировании материалов в месте контакта индентора и образца наблюдается достаточно высокое среднее контактное давление $\langle p \rangle = HM = P/F$ ((1.8)), это происходит потому, что усилие P прикладывается к сравнительно малой площадке контакта (или проекции отпечатка F). Для некоторых материалов этого давления оказывается достаточно, чтобы превысить давление фазового перехода кристалла p_c , т.е. $\langle p \rangle = HM > p_c$ и тогда под индентором регистрируется фазовый переход.

Впервые это явление фазового превращения под давлением при индентировании было обнаружено в 1972 г. и описано в работе

И.В. Гридневой, Ю.В. Мильмана и В.И. Трефилова [64]. До настоящего времени это явление продолжает широко исследоваться многими учеными и более того, легло в основу современной высокой технологии – вязкой механической обработке кремния (точение и другие способы механической обработки).

При изучении температурной зависимости твердости монокристаллических полупроводников (Si и Ge (111); InSb (111); GaAs легированный Те, n-тип (111) и алмаз (100)) авторами [64] было обнаружено, что при снижении температуры наблюдается резкий рост твердости, как и в других кристаллах со значительной ковалентной составляющей в межатомной связи. Однако при некоторой критической температуре рост твердости для Ge, Si, InSb и алмаза прекращался и вплоть до 0 К наблюдался практически атермический участок (рис. 1.9).

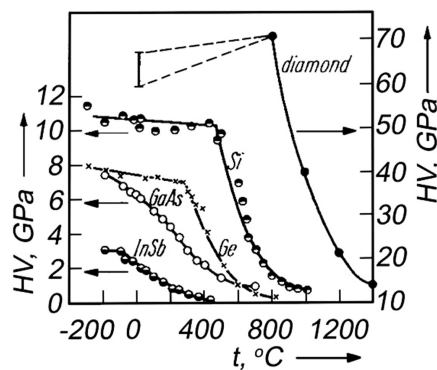


Рисунок 1.9 – Температурная зависимость микротвердости кристаллов со структурой алмаза [64]

Как известно, твердость пропорциональна критическому напряжению сдвига τ_c , а τ_c в ковалентных кристаллах с высоким напряжением Пайерлса-Набарро в соответствии с теоретическими представлениями должно резко и монотонно возрастать при снижении температуры, так что атермический участок твердости не соответствовал существовавшим представлениям о дислокационном механизме деформации.

Было установлено, что твердость на атермических участках примерно совпадала с давлением фазового перехода полупроводник \rightarrow металл (переход из решетки алмаза в более плотноупакованную фазу β -олова). В условиях чистого гидростатического сжатия переход полупроводник \rightarrow металл в Si начинается при давлении $p_c = 11,3$ ГПа и завершается при 12,5 ГПа, тогда как твердость по Мейеру на атермическом участке $HM \approx 11$ ГПа. Совпадение твердости на атермическом участке и критического давления фазового перехода также было отмечено для Ge и InSb. Это позволило предположить, что на атермическом участке на первых стадиях внедрения индентора давление под индентором превышает давление фазового перехода p_c и происходит переход полупроводник \rightarrow металл. Индентор внедряется в более мягкую металлическую фазу, размер отпечатка растет, а контактное давление (1.8) падает до тех пор, пока не сравняется с давлением фазового перехода.

Эти результаты вызвали значительный интерес и дискуссию. В работе [65] изучалась температурная зависимость нанотвердости Si (при минимальном вкладе разрушения) и было подтверждено наличие атермического участка в том же температурном интервале. Однако на температурной зависимости критического напряжения сдвига τ_c – атермический участок отсутствовал (рис. 1.10).

Таким образом, твердость на атермическом участке соответствует критическому давлению фазового перехода p_c , а не критическому напряжению сдвига τ_c . И фазовое превращение под давлением при индентировании возможно только при условии $p_c < HM$. В случае $p_c > HM$ – фазовое превращение отсутствует, что и было отмечено для GaAs.

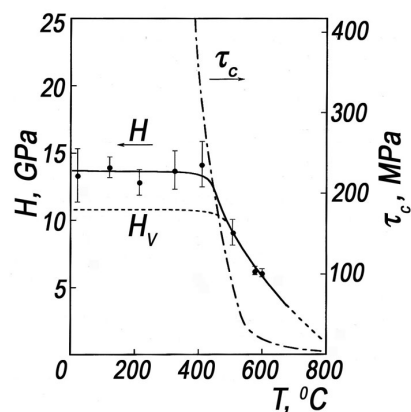


Рисунок 1.10 – Температурная зависимость микротвердости H_V , нанотвердости H и критического напряжения сдвига τ_c кремния [65]

Фазовый переход при индентировании кристаллов с решеткой алмаза был подтвержден в большом количестве работ. Для объяснения такого характера $H(T)$ были разработаны модели туннелирования дислокаций через потенциальные барьеры Пайерлса. Такое движение дислокаций в ковалентных кристаллах представлялось возможным в связи с тем, что барьеры Пайерлса имеют большую высоту и малую ширину в ковалентных кристаллах. Дислокации в квантово-механических теориях туннелирования рассматриваются как квазичастицы, которые в данном случае не перескакивают через вершину потенциального барьера за счет термических флуктуаций, а проходят барьер туннелированием. При некоторых значениях параметров эти теории позволяли связать наличие атермического участка на кривой $H(T)$ с процессом туннелирования дислокаций. Однако, такое объяснение было довольно спорным, поскольку параметры, используемые в этих теориях, не были достаточно обоснованы.

В работе [64] было предположено, что при индентировании Si, которое сопровождается фазовым переходом в металлическую фазу, к моменту остановки индентора вокруг него образуется тонкий металлический слой (рис. 1.11). В дальнейшем такая структура отпечатка была подтверждена ТЕМ исследованиями.

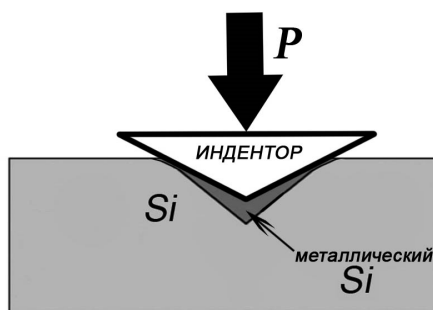


Рисунок 1.11 – Схема формирования металлического слоя в процессе индентирования Si [66]

Удельное электросопротивление высокоомного полупроводникового Si на 8 порядков превышает его сопротивление в металлической фазе. Поэтому в [64], несмотря на малый размер отпечатка микротвердости, методом электросопротивления был подтвержден фазовый переход при микроиндентировании в кремнии. В эксперименте к пластинке Si сечением $4 \times 5 \text{ мм}^2$ и длиной 10 мм приваривались омические контакты в виде медных проволочек с золотой подложкой. Сопротивление образца при этом было высоким $R = 23000 \text{ Ом}$. На полированную поверхность образца наносился тонкий слой меди шириной 7 мкм, что существенно снизило электросопротивление. При индентировании алмазным индентором Виккерса, когда дорожка перекрывалась – электросопротивление образца дополнительно снижалось на величину $\Delta R = 1-2 \text{ Ом}$. Такое снижение электросопротивления было объяснено как следствие наличия под индентором слоя металлического кремния. По величине ΔR средняя толщина слоя была оценена в 50 нм, что оказалось близким к результатам полученным позднее методом ТЕМ.

На рис. 1.12 приведен электронно-микроскопический снимок, сделанный на поперечном сечении отпечатка твердости в кремнии [67], на котором хорошо просматривается пластичная трансформированная зона t , материал которой затекает в узкую микротрещину в кристаллическом Si .

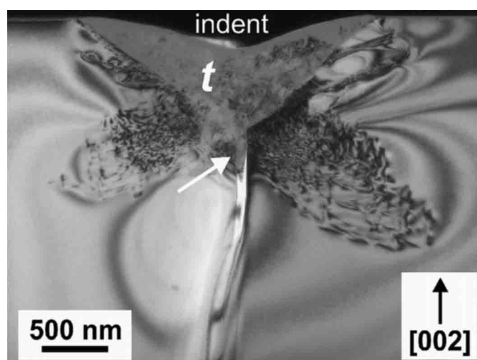
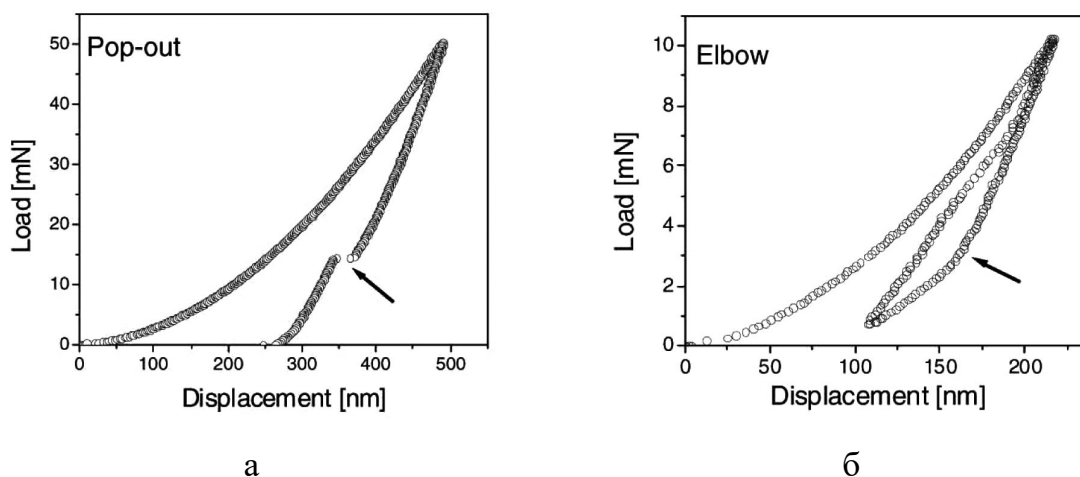


Рисунок 1.12 – Поперечное сечение отпечатка nanoиндентирования кремния [67]

Значительные успехи в изучении фазового состава отпечатков твердости в кристаллах с решеткой алмаза были достигнуты методом микро-рамановской спектроскопии [68]. Было показано, что в Si и Ge под индентором образуются сначала металлические фазы высокого давления, а в последующем в зависимости от скорости разгрузки индентора, формируются nano-кристаллические или аморфные фазы. При этом аморфные фазы формируются обычно при больших скоростях разгрузки, когда кристаллизация затруднена.

Фазовый переход успешно исследуется и при nanoиндентировании с записью кривой «нагрузка P – перемещение индентора h » при нагружении и разгрузении. Было установлено, что при nanoиндентировании Si острыми инденторами наблюдается экструзия металлической фазы из-под индентора [69]. При этом металлическая фаза сразу же превращается в аморфную фазу. Металлическая фаза, остающаяся под индентором, при разгрузке также превращается в аморфную, если скорость разгрузки достаточно велика. При меньшей скорости разгрузки в аморфной фазе успевает пройти частичная кристаллизация с образованием нанокристаллических частиц различных фаз кремния. При nanoиндентировании особенно четко фазовый переход проявляется при разгрузении образца (рис. 1.13).

На кривых разгрузки наблюдается т.н. «pop-out» (выступ) (рис. 1.13 а) – резкое увеличение размера материала под индентором при превращении металлической фазы в аморфную (в аморфном состоянии плотность обычно ниже, чем в кристаллическом) или «elbow» (изгиб углом или колено) (рис. 1.13 б). Кривые с «elbow» наблюдаются при малых скоростях разгрузки, когда фазовый переход идет более медленно. Кривые с «pop-out» и «elbow» наблюдается обычно при индентировании индентором Берковича. «Pop-out» характерен для больших нагрузок (при которых скорость разгрузки оказывается выше), а «elbow» для малых нагрузок, когда скорость разгрузки снижена и обратное превращение идет постепенно. Кроме аморфной фазы при замедленном разгрузении, как уже отмечалось, наблюдается также образование нанокристаллов.



а – «pop-out» (выступ), б – «elbow» (изгиб углом).

Рисунок 1.13 – Типичные кривые наноиндентирования в координатах «нагрузка P – перемещение индентора h » [69]

«Pop-out» обычно четко проявляется на кривой разгрузки, тогда как для выявления «elbow» обычно проводят повторное нагружение и разгрузку индентора, не сдвигая его с отпечатка твердости (рис. 1.13 б).

В настоящее время монокристаллический полупроводниковый кремний широко используется в современной микроэлектронике для производства

интегральных схем, транзисторов и других различных компонентов, а также в инфракрасной оптике, при этом к поверхности кремния предъявляются высокие требования: она должна быть бездефектной и плоской с очень малой шероховатостью. Это сложно достичь, т.к. кремний – твердый и хрупкий материал и стандартная механическая обработка приводит к формированию царапин, микротрещин, дислокаций и других дефектов. Поэтому очень важным представляется исследовать возможности механической обработки кремния в вязком режиме. В работе [70] на основе описанного выше фазового перехода была объяснена физическая природа вязкого течения кремния алмазным резцом и предложена схема, описывающая эту технологию (рис. 1.14). Обычно при точении металлов используют острые резцы, чтобы повысить концентрацию напряжений на режущей кромке. При вязком точении кремния резец имеет необычную форму и скорее напоминает тупой индентор. На рис. 1.14 отмечены направление движения резца и направление результирующей силы (F), приложенной к резцу.

Физическая суть механизма вязкого течения кремния заключается в создании фазового перехода в металлическую фазу под резцом и обеспечения отделения стружки от материала в пластичной металлической фазе. При правильном выборе параметров течения (скорость резца, подача, форма резца и др.) удастся получить гладкую бездефектную поверхность, на которой находится тонкий (20...100 нм) слой аморфного Si. При ускорении резания образуются небольшие микротрещины, заполненные аморфной фазой, как показано на рис. 1.14. Стружка охлаждается более медленно, чем обработанная поверхность и в ней кроме аморфной фазы обнаруживаются нанокристаллы различных фаз кремния. Тонкий поверхностный слой, (около 100 нм толщиной), содержащий аморфную фазу, микротрещины и дислокации, должен удаляться после вязкого течения. Удаление этого слоя облегчается его малой толщиной и ровной формой поверхности образца.

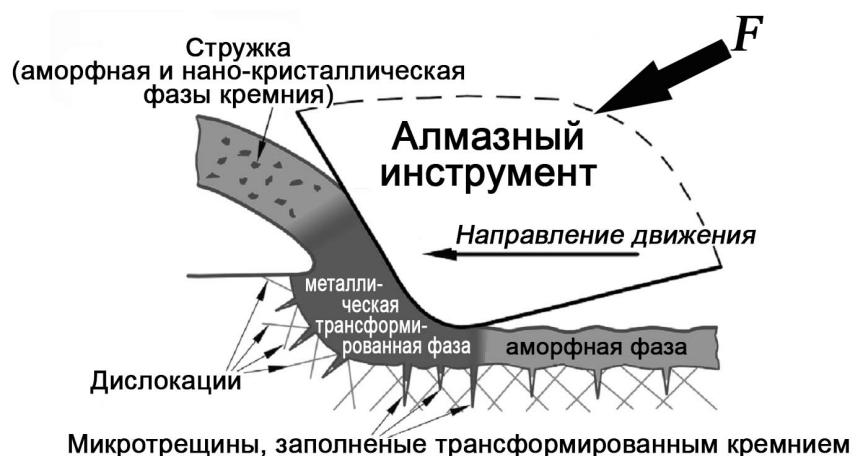


Рисунок 1.14 – Схема вязкого течения кристаллического Si алмазным резцом [70]

Таким образом, на основе открытия фазового перехода полупроводникового кремния в пластичную металлическую фазу при индентировании была предложена новая технология вязкого течения кремния.

1.5.3 Изучение двойникования методом индентирования

Деформационное двойникование оказывает существенное влияние на механическое поведение ряда сплавов с ОЦК решеткой при комнатной и более низких температурах. В соответствии с современными представлениями склонность к деформационному двойникованию увеличивается при снижении энергии дефекта упаковки γ_e . Так, согласно полюсному механизму двойникования Коттрелла и Билби [71], движение двойнивающей дислокации $a/6 \langle 111 \rangle$ в плоскости $\{112\}$ ОЦК решетки начинается при эффективном значении напряжения сдвига $\tau = \gamma_e/b$.

Для работы механизма двойникования, предложенного Шлизвиком [72], необходимо напряжение сдвига порядка $\gamma_e/3b$. В [73] показано, что в сплаве

Mo-35 ат.% Re (монокристалл) наиболее вероятным является зарождение двойников при диссоциации винтовой дислокации по механизму Шлизовика.

В работах [74-76] склонность сплавов к двойникованию оценивалась на основе простой методики определения минимальной нагрузки на индентор Вickers при измерении твердости ($P_{кр}$), при которой вокруг индентора еще образуются двойники. Величина, обратная минимальной нагрузке ($1/P_{кр}$), и характеризовала склонность сплавов к двойникованию (рис. 1.15). Как следует из рис. 1.15, легирование металлов VIA группы элементами, расположенными правее в периодической системе, значительно увеличивает склонность к двойникованию. При этом наблюдается несомненная корреляция склонности к двойникованию с энергией дефекта упаковки γ_e и плотностью состояний на поверхности Ферми [77].

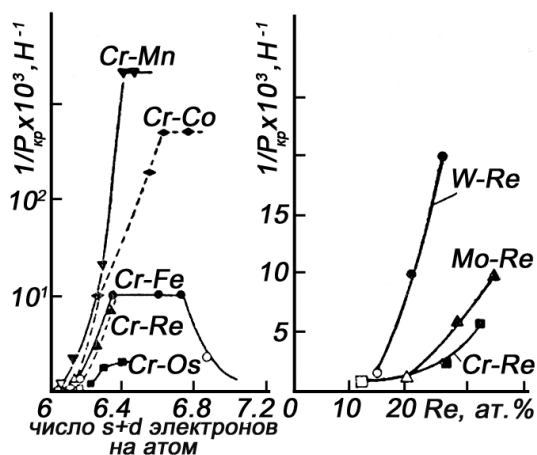


Рисунок 1.15 – Изменение склонности к двойникованию, характеризуемой величиной $1/P_{кр}$, при легировании (незачерненные значки соответствуют сплавам, в которых двойникование при максимальной нагрузке на индентор не наблюдалось) [40]

Величина $1/P_{кр}$ значительно сильнее возрастает при легировании хрома элементами I большого периода (когда снижение γ_e наиболее существенно), чем при легировании элементами III периода. При этом чрезвычайно высокой склонностью к двойникованию обладают сплавы системы Cr-Mn,

для которых наблюдается наиболее резкий рост плотности состояний на поверхности Ферми $N(E_F)$ и наибольшее снижение γ_e . В этих сплавах интенсивное двойникование наблюдается при небольших нагрузках на индентор, используемых при измерении микротвердости.

В связи с тем, что двойникование существенно меняет механическое поведение металлов и сплавов и хрупкость двойникующихся сплавов затрудняет исследование их стандартными методами механических испытаний, методы индентирования позволяют наиболее полно изучить специфику механического поведения двойникующихся сплавов.

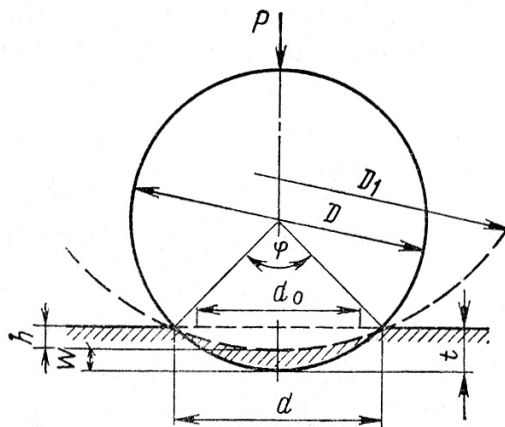
1.5.4 Кривые деформации, получаемые методом индентирования

Наиболее полно характеризует поведение материалов под действием внешних нагрузок деформационная кривая «напряжение σ – деформация ε ». Методика получения деформационной кривой методами механических испытаний хорошо отработана, но требует изготовления стандартных образцов. Поэтому построение кривых деформации методом индентирования целесообразно, когда необходимо проводить испытания непосредственно на изделии или на небольших образцах новых материалов. Как уже показывалось выше (см раздел 1.2.1), многие авторы пытались связать твердость с механическими свойствами и разработано достаточно много методик перехода от кривой твердости к деформационной кривой.

По М.П. Марковцу [10] построение диаграмм твердости по результатам вдавливания шара в испытуемый материал сводилось к следующему: «при постоянно возрастающей нагрузке на шар в поверхностном слое лунки возникают сначала упругие деформации, а затем малые пластические, которые, увеличиваясь, достигают предельной величины, в результате чего в лунке может наступить разрушение. Напряжения в лунке, определенные в

момента, когда в ней возникают упругие деформации, пластические деформации и разрушение, будут характеризовать соответственно сопротивление материала упругому деформированию, пластическому деформированию и разрушению».

В работе [10] было предложено для построения кривой деформации пользоваться зависимостью твердости HB (пересчитанной на условное напряжение при растяжении, как $\sigma = 0,33HB$) от деформации в невосстановленной лунке, когда шар находится под нагрузкой, $\psi_H = t/D$ (рис. 1.16). Разработанная методика оценки деформации в лунке, позволяла сравнивать напряжения в лунке, полученные в результате вдавливания шарами различных диаметров. Однако, при этом основным условием сравнимости напряжений (твердости) было соблюдение углов вдавливания φ или отношений d/D .



d – диаметр лунки, t и h – глубины невосстановленной и восстановленной лунок, W – упругое восстановление глубины лунки,

D_1 – средний диаметр кривизны восстановленной лунки, φ – угол вдавливания, D – диаметр шара и кривизны невосстановленной лунки,

d_0 – диаметр окружности на поверхности образца, до которого производится вдавливание.

Рисунок 1.16 – Схема вдавливания шара [10]

Развитие метода инструментального индентирования в настоящее время расширило возможности построения кривых деформации методом индентирования и способствовало появлению целого ряда методик, устанавливающих связь между диаграммами вдавливания и диаграммами растяжения.

В работе [78] процесс вдавливания сферического индентора описывается степенной функцией Мейера

$$F = ad^n, \quad (1.31)$$

где F – нагрузка, a и n – константы Мейера, характеризующие прочностные (a) и пластические (n) свойства материала, d – диаметр восстановленного отпечатка.

При этом диаграмма растяжения описывается уравнением

$$\sigma = b\varepsilon^x, \quad (1.32)$$

где b – константа, ε – деформация в %, x – показатель степени.

Одной из наиболее применяемых и развивающихся в настоящее время, однако требующей полной автоматизации процесса вычислений и наличие программного обеспечения, является методика АВІ (automated ball indentation), которая входит в РД ЭО 0027-2005 «Инструкцию по определению механических свойств металла оборудования атомных станций безобразцовыми методами по характеристикам твердости» [79]. Суть метода состоит в непрерывном циклическом индентировании поверхности материала сферическим индентором до достижения соотношения диаметра отпечатка к диаметру индентора, равного единице. По результатам решается система уравнений, содержащей значения истинной пластической деформации, напряжения, диаметра восстановленного отпечатка, диаметра индентора и др.

Методика расчета построения кривой растяжения по твердости при индентировании сферическим индентором, предложенная В.М. Шабановым

[80, 81], представляет интерес с точки зрения ее теоретической обоснованности, но является громоздкой при реализации.

Наиболее распространенным методом построения кривой деформации по кривой индентирования является метод конечных элементов (МКЭ), при реализации которого используются профессиональные пакеты прикладных программ, например, ANSYS [82, 83].

Существует еще очень большое количество работ [84-86], в которых решается задача вдавливания индентора в упруго-пластическую упрочняющуюся среду и предлагаются методы построения диаграммы растяжения материала по кривой кинетического индентирования.

В работах зарубежных ученых М. Бергини, Л. Бертини и В. Фортанари [87] использование МКЭ позволило по данным инструментального индентирования сферическим индентором получить с хорошей точностью полные кривые напряжения – деформации металлических сплавов.

В настоящее время оценка механических свойств на растяжение металлических материалов методом индентирования сферическим индентором нормирована по мировому стандарту ISO/TR 29381:2008 [88] и ГОСТу 22762-77 [30] (см. раздел 1.2.1).

Однако, как уже отмечалось самым большим недостатком предлагаемых методик является то, что в качестве индентора используется шарик, что существенно сужает круг материалов на которых проводятся исследования.

Наиболее интересной нам представляется работа С.С. Васаускаса и В.Ю. Жидониса [89] по исследованию диаграммы твердости и ее применения, в которой изменение твердости от степени пластической деформации металла достигалось изменением угла при вершине конического индентора (φ). Было показано, что применение нескольких конических инденторов с различными углами при вершине позволяет получать числа твердости при различных степенях пластической деформации, которые

отвечают некоторым точкам на кривой растяжения, а также была предложена формула для средней степени деформации ψ_i

$$\psi_i = 1/(\sin \varphi/2) - 1. \quad (1.33)$$

Предложенная методика отрабатывалась на стали марке Ст.3. Для ряда металлов (свинца, цинка, меди, латуни, бронзы и др.) было получено хорошее совпадение результатов (с разбросом не более 10 %) данных твердости и механических испытаний, рассчитанных по формулам

$$\sigma_S = 0,25H_S \text{ и } \sigma_B = 0,30H_B, \quad (1.34)$$

где σ_S – предел текучести при растяжении, H_S – число твердости, полученное при вдавливании конуса с углом $\varphi = 160^\circ$ и σ_B – предел прочности при растяжении, H_B – число твердости, полученное при вдавливании конуса с углом $\varphi = 120^\circ$.

1.5.5 Характеристика пластичности, получаемая при измерении твердости

В физике прочности существуют два фундаментальных свойства, определяющих механическое поведение материалов: прочность и пластичность.

Прочность материала определяется его способностью сопротивляться приложенной силе [90] или сопротивлению разрыву тела на две или несколько частей [91]. Прочность рассчитывается адекватно этим определениям при испытании на растяжение как разрушающая нагрузка деленная на площадь поперечного сечения образца. При этом материал считается совершенным – без трещин и других концентраторов напряжения.

Значительно сложнее складывается ситуация с определением пластичности при желании получить характеристику адекватную физическому определению этого свойства. Слово пластичность происходит

от греческого слова *plastikós* – годный для лепки, податливый. В современной физике пластичность определяется склонностью материала подвергаться остаточным деформациям под нагрузкой, т.е. необратимо деформироваться под действием нагрузки [92, 93].

Обычно на практике пластичность характеризуют удлинением до разрушения при испытании на растяжение δ или поперечным сужением до разрушения ψ . Эти параметры материала имеют большое практическое значение, однако, они не полностью отражают смысл приведенных выше определений пластичности, т.к. они определяют условия перехода от пластической деформации к разрушению, и не всегда коррелируют с определением пластичности, как склонности материала подвергаться остаточным деформациям под нагрузкой. Действительно, параметры δ и ψ определяются не только пластичностью, но еще, по крайней мере, двумя условиями: соотношением между напряжением течения σ_s и разрушающим напряжением σ_b , а также деформационным упрочнением. Параметр δ обычно включает равномерную деформацию и деформацию после образования стабильной «шейки» и локализации в ней деформации. Увеличение деформационного упрочнения $\left(\frac{\partial \sigma}{\partial \epsilon}\right)_\epsilon$ повышает δ для пластичных металлов (Al, Cu), но снижает δ в малопластичных материалах, где достигается условие $\sigma_s = \sigma_b$. Пластичность материала в ее приведенном выше физическом определении должна непрерывно повышаться с ростом температуры, поскольку повышение температуры облегчает движение дислокаций в твердых телах (за исключением некоторых интерметаллидов).

Однако, для большинства материалов параметр δ немонотонно изменяется с ростом температуры, вследствие того, что температура испытания влияет также на условия разрушения (транскристаллитное или интеркристаллитное), на деформационное упрочнение и соотношение σ_s и σ_b .

Поперечное сужение ψ характеризует сечение образца, при котором приложенной нагрузки оказывается достаточно для разрушения. Поперечное сужение ψ также может состоять из двух слагаемых: поперечного сужения при равномерной деформации и при деформации, сосредоточенной в «шейке». Поскольку разрушение происходит после пластической деформации, идущей с деформационным упрочнением, то ψ , как и δ , определяется условием перехода от пластической деформации к разрушению и зависит от деформационного упрочнения.

Таким образом, если характеризовать пластичность удлинением до разрушения δ , то понятие пластичности теряет простой физический смысл и, следовательно, перестает быть фундаментальной характеристикой материала.

Механические испытания на растяжение гладких образцов завоевали свое лидирующее положение многие десятилетия назад, когда основным конструкционным материалом были пластичные материалы: стали и металлы с ГЦК или ГПУ решеткой. Но в настоящее время разработаны и продолжают создаваться принципиально новые материалы, которые при механических испытаниях на растяжение при комнатной температуре являются малопластичными или хрупкими: керамика, квазикристаллы, аморфные металлические сплавы, интерметаллиды, фуллериты и различные композиты. Широкое применение получили сплавы на основе тугоплавких ОЦК-металлов, для которых температура хладноломкости обычно выше комнатной. Относительно пластичности этих материалов при испытании на растяжение можно сказать только, что удлинение $\delta = 0$. Никаких сведений о сравнительной пластичности материалов такие испытания не дают. Вместе с тем, большинство материалов, хрупких при испытании на растяжение, проявляют некоторую пластичность при индентировании [94].

Как было показано выше [10, 85 и др.] ранее неоднократно предпринимались попытки определения методом твердости стандартных

характеристик пластичности при испытании на растяжение (удлинение δ и поперечное сужение ψ), что не имеет достаточных физических обоснований.

В 1993 г. в работе [26] была предложена новая характеристика пластичности и приведена методика ее определения методом твердости. Характеристика пластичности δ_H (индекс H используется, чтобы показать, что характеристика определяется при индентировании) является безразмерным параметром и представляет собой долю пластической деформации в общей упругопластической деформации под индентором

$$\delta_H = \frac{\varepsilon_p}{\varepsilon_t} = 1 - \frac{\varepsilon_e}{\varepsilon_t}, \quad (1.35)$$

где ε_p , ε_e и ε_t – значения пластической, упругой и общей деформации в направлении действия силы, усредненных по площадке контакта индентора с образцом.

Такая зависимость непосредственно следует из приведенного выше определения пластичности. Действительно, например, при испытании на растяжение на первых стадиях нагружения $\varepsilon_t = \varepsilon_e$, а пластическая деформация отсутствует, т.е. материал не сохраняет какую либо часть деформации после снятия нагрузок.

Учитывая зависимость пластичности от степени деформации ε_t сравнение пластичности различных материалов следует проводить при $\varepsilon_t = const$, что автоматически обеспечивается при индентировании материалов индентором в виде пирамиды, например, четырехгранной пирамиды Виккерса или трехгранной пирамиды Берковича (общая степень деформации $\varepsilon_t = 8...9\%$, которая наблюдается при индентировании этими инденторами, удобна для сопоставления пластичности различных материалов).

Разработанная в [26] методика позволяет определить параметр пластичности δ_H при индентировании индентором Виккерса по уравнению

$$\delta_H = 1 - 14,3 \left(1 - \nu - 2\nu^2\right) \frac{HV}{E}. \quad (1.36)$$

Для твердости по Мейеру HM , которая определяется стандартным трехгранным индентором Берковича (с углом при вершине $\gamma = 65^\circ$)

$$\delta_H = 1 - 10,2 \left(1 - \nu - 2\nu^2\right) \frac{HM}{E}. \quad (1.37)$$

Малый объем деформируемого материала при индентировании и особый характер полей напряжения уменьшают склонность к макроскопическому разрушению и резко снижают температуру хладноломкости T_x , что предоставляет возможность определения твердости и характеристики пластичности δ_H большинства материалов при низких температурах.

Величина характеристики пластичности δ_H меняется от 0 для абсолютно упругого вдавливания индентора до 1 – для полностью пластической деформации. Практически эти крайние значения не встречаются и значения δ_H находятся в интервале от 0 до 1.

В [26] было экспериментально установлено, что переход пластичность – хрупкость наблюдается при критическом значении характеристики пластичности $\delta_{Hcr} \approx 0,9$ для чистых однофазных материалов. Материалы, имеющие $\delta_H > \delta_{Hcr}$, пластичны при стандартных механических испытаниях на растяжение и изгиб ($\delta > 0$), а при $\delta_H < \delta_{Hcr}$ удлинение при испытаниях на растяжение δ обычно приближается к нулю.

В [95] было проведено сравнение характеристики пластичности δ_H и удлинения до разрушения δ , определенном при стандартных механических испытаниях на изгиб, при температуре несколько выше температуры хладноломкости T_x . Было показано, что при $T < T_x$ удлинение до разрушения $\delta \rightarrow 0$, тогда как δ_H имеет вполне определенные значения, характеризующие наиболее полную пластичность материала. На рис. 1.17 приведена

температурная зависимость δ (полученная при испытании на изгиб, как удлинение до разрушения крайних растягиваемых волокон) и характеристики пластичности δ_H для твердого сплава WC – 6 % вес. Со (со средним размером зерна $d = 1,3$ мкм и $T_x = 700$ °C) в интервале температур 20...1000 °C [95].

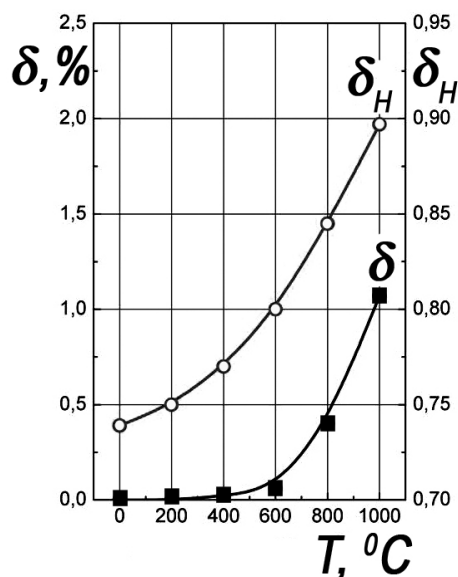


Рисунок 1.17 – Температурная зависимость удлинения до разрушения δ и характеристики пластичности δ_H при микроиндентировании для твердого сплава WC – 6 % вес. Со [95]

В [26] были рассчитаны значения характеристики пластичности δ_H для ковалентных кристаллов, керамик и металлов с разной кристаллической решеткой. Минимальное значение δ_H имеет алмаз (0,16), для других ковалентных кристаллов (Si и Ge) δ_H также невелико (0,30 и 0,42). Такой же уровень значений δ_H SiC (0,32) и Al_2O_3 (0,42), у которых ковалентная составляющая межатомной связи существенна. Для карбидов IV-А группы (TiC, ZrC), также как и для карбида NbC и боридов (LaB_6 , TiB_2 , ZrB_2) $\delta_H \approx 0,5$, т.е. пластическая деформация составляет примерно 50 % от общей деформации под индентором. В то же время WC имеет значительно большую величину $\delta_H = 0,83$, что свидетельствует о его высокой

пластичности среди других тугоплавких соединений. Такое значение δ_H WC объясняется как высоким значением модуля Юнга $E \approx 700$ ГПа, так и низкой твердостью (по сравнению с другими карбидами ZrC, NbC, TiC). Для нитридов (ZrN, TiN, Si₃N₄) $\delta_H \approx 0,6$, что несколько выше, чем для боридов и карбидов (исключая WC).

Для чистых металлов $0,9 < \delta_H < 1,0$. Величина характеристики пластичности выше для металлов с ГЦК решеткой (Al, Ni, Cu, Au) $\delta_H = 0,96...0,99$, чем для металлов с ОЦК (W, Mo, Cr, Fe, Nb, V, Ta) $\delta_H = 0,92...0,97$ и ГПУ-решетками (Be, Co, Re, Mg, Ti) $\delta_H = 0,93...0,97$. Эти значения δ_H соответствуют представлениям об относительной пластичности материалов, которые сложились из изучения характера их межатомной связи и измерений других механических свойств.

В [26] было также показано, что δ_H является чувствительной к структурному и субструктурному состоянию материалов и может использоваться для изучения контроля процессов термомеханической обработки материалов. В работах А.И. Юрковой с сотрудниками [96, 97] на примере меди и железа изучались зависимости δ_H от размера зерна (рис. 1.18).

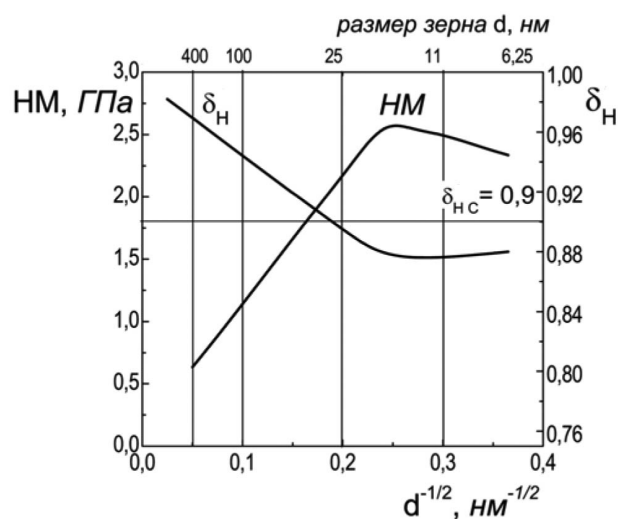


Рисунок 1.18 – Зависимость характеристики пластичности δ_H и твердости $НМ$ от размера зерна Cu [96]

Также в [26] было показано, что δ_H может успешно использоваться при изучении влияния легирования на механические свойства при разработке новых материалов.

Учитывая простоту определения δ_H , в работах А.В. Бяковой с сотрудниками [98-100] была рассчитана и проведен сравнительный анализ пластичности покрытий на основе карбидов (TiC, ZrC, VC, NbC и др.), боридов, нитридов, полученных разными методами нанесения. Использование параметра δ_H оказалось очень эффективным для определения работоспособности керамических покрытий [101]. Было показано, что эти покрытия могут работать при сравнительно низких значениях δ_H и установлено необходимое условие работоспособности покрытий $\delta_H > 0,45 \dots 0,55$.

В настоящее время характеристика пластичности δ_H стала широко использоваться для оценки пластичности материала в работах украинских [102-104 и др.] и зарубежных ученых [105-110].

Интересным направлением исследования остается изучение поведения δ_H в широком температурном интервале для разных классов материалов.

1.6 Выводы и постановка задач исследования

В литературном обзоре описаны основные проблемы физики деформации при индентировании, методы индентирования и показаны большие возможности применения метода индентирования для исследования поведения различных материалов. Однако ряд методик, используемых для характеристики механических свойств пластичных материалов, требует

дальнейшего развития и физического обоснования в случае их применения при изучении свойств хрупких и малопластичных материалов.

Однако, если методика индентирования сферическим индентором для изучения механических свойств материалов развивалась многие годы, то методики индентирования с этой же целью пирамидальными инденторами, находятся в стадии развития и здесь необходимы новые исследования как в области физики прочности и пластичности, так и в развитии методик индентирования для определения механических свойств. Методика индентирования сферическим индентором имеет ряд принципиальных недостатков: отсутствует подобие формы отпечатков при изменении нагрузки на индентор, т.е. имеются сложности в связи с этим в устранении размерного эффекта, и, главное, недостаточные твердость и модуль упругости используемых сферических инденторов приводит к невозможности изучения механических свойств новых высокопрочных материалов. Можно понять исследователей, которые продолжают работать в области индентирования сферическими инденторами. Вероятно, это обусловлено, в первую очередь, сложностью изготовления алмазных пирамидальных инденторов, в особенности, если требуется применение таких инденторов с разными углами при вершине. Кроме того, применение сферических инденторов из твердых сплавов в определенной степени обеспечивает изучение механических свойств сталей и ряда других металлических сплавов. Однако, нам представляется, что преимущества пирамидальных алмазных инденторов должны привести к промышленному производству сравнительно недорогих инденторов, тем более что в настоящее время для производства инденторов могут быть использованы синтетические алмазы.

Выполненный в литературном обзоре анализ показывает целесообразность проводить в настоящей работе исследования в следующих направлениях:

1. Развить методику определения характеристики пластичности δ_H применительно к новым высокотвердым материалам с большой долей упругой деформации при индентировании. К сожалению, полученные в работе [26] уравнения оказались недостаточно точными для высокопрочных материалов с большой долей упругой деформации. Уточнение уравнений для этого случая было выполнено автором настоящей работы совместно с авторами [26]. Подробное описание полученных результатов приведено ниже в разделе 3.
2. Рассмотреть изменение характеристики пластичности δ_H в широком температурном интервале и разработать методику определения $\delta_H(0)$ в условиях отсутствия термических колебаний атомов при 0 К, т.е. в условиях, при которых определяется напряжение Пайерлса-Набарро.
3. Разработать методику построения кривых деформации материалов методом индентирования пирамидальными инденторами и проанализировать соответствие между кривыми деформации, полученными при стандартных механических испытаниях и индентированием, на примере металлических сплавов. Изучить деформационные кривые хрупких при стандартных механических испытаниях сплавов, на примере сильно двойнящихся сплавов системы Cr-Mn.
4. Разработать физические представления о температурной зависимости твердости для материалов с высоким напряжением Пайерлса-Набарро.
5. Использовать метод индентирования для исследования особенности локальной пластической деформации при пробивании мишени кинетическим ударником.

2 МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

2.1 Материалы

Для исследования был выбран широкий класс материалов с различной кристаллической структурой и характером межатомной связи: ковалентные монокристаллы (Si, Ge); ряд тугоплавких соединений с долей ковалентной составляющей в межатомной связи (α -SiC, Al₂O₃, TiC, ZrC, NbC, WC) в виде монокристаллов; металлы с ОЦК-решеткой в виде монокристаллов или отожженных поликристаллов (Fe, Mo, Nb, Cr и др.), с ГПУ-решеткой (Co, Re, Ti, Zr и др.), с ГЦК-решеткой (Cu, Al, Au, Ni); интерметаллиды на основе алюминия; аморфные металлические сплавы в виде лент, полученных спиннингованием (сплавы на основе Fe, Co); квазикристалл Al₆₃Cu₂₅Fe₁₂ был получен плавлением с последующим отжигом при 700 °С, а квазикристалл Al₇₀Pd₂₀Mn₁₀ исследовался в монокристаллическом состоянии. Такой выбор материалов был обусловлен целесообразностью исследования материалов в широком интервале значений твердости (0,16...34 ГПа) и отношений HV/E (0,002...0,074).

Для отработки методики построения кривых деформации методом индентирования были использованы стандартные промышленные сплавы:

- конструкционная углеродистая качественная сталь 45, применяемая для изготовления деталей повышенной прочности;
- инструментальная сталь У8, наиболее распространенная среди углеродистых инструментальных сталей и используемая для изготовления инструментов, подвергающихся ударным нагрузкам и требующих хорошей вязкости при высокой твердости;
- титановый сплав Ti-6Al-4V (аналог ВТ6), один из самых востребованных в авиационной промышленности сплав, благодаря своей

высокой удельной прочности и высокой технологичности (при нагреве легко подвергается деформации).

Для исследования механического поведения сильно двойнящихся сплавов системы Cr-Mn методом индентирования были выбраны сплавы Cr-42 масс.% Mn и Cr-50 масс.% Mn (с размером зерна ~ 30 мкм). Для сравнения был исследован низколегированный хромовый сплав Cr-0,3 масс.% Y (с размером зерна ~ 50 мкм), который не двойнится, если деформация проводится при комнатной температуре. Хромовые сплавы выплавляли в дуговой печи с нерасходуемым вольфрамовым электродом в медной охлаждаемой водой изложнице. Полученные слитки подвергали экструзии при $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ с коэффициентом вытяжки $\mu = 16$, а затем отжигу.

Для изучения влияния пористости на твердость керамических материалов в широком интервале температур $20\dots 900\text{ }^{\circ}\text{C}$ была использована карбидокремниевая керамика с добавками бора, полученная методом холодного изостатического прессования при давлении 350 МПа и последующим спеканием при $2150\text{ }^{\circ}\text{C}$. Образцы имели пористость $\theta = 5, 16, 20\%$. Беспористая карбидокремниевая керамика получена методом горячего прессования: порошок SiC смешивался со специальными добавками, загружался в графитовую матрицу и прессовался при $2000\text{ }^{\circ}\text{C}$ под давлением 18 МПа . Образцы карбидокремниевой керамики были изготовлены в Научно-исследовательском центре высоких давлений Польской академии наук (Варшава, Польша).

Для исследования механизма деформации и деформационного упрочнения при динамическом нагружении и проникании ударника были использованы преграды из алюминиевого сплава с твердорастворным упрочнением АМг5. Химический состав АМг5 описывается в ГОСТ 4784-97. Этот сплав обладает хорошим сочетанием прочности и пластичностью, а также хорошей свариваемостью. Слиток сплава АМг5 отжигался при $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 1 ч, затем был проэкструдирован на полосу 60×25 мм. Температура

нагрева слитка при экструзии составляла 380...400 °С, скорость деформации 0,5 мм/с. В дальнейшем из полосы изготавливались пластины для динамических испытаний толщиной 5 мм. Сплав АМг5 был выплавлен и продеформирован в ИПМ НАН Украины (отдел №23).

2.2 Методы исследования

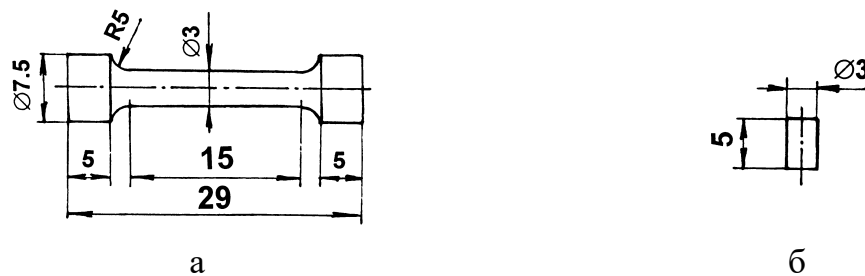
Высокое качество и совершенство поверхности металлографических шлифов для измерения твердости обеспечивалось использованием современных методов резки, шлифовки и полировки материалов.

Локальное нагружение материалов проводили пирамидальными инденторами Виккерса, Берковича и трехгранными алмазными инденторами с различными углами между гранью и осью индентора ($\gamma = 85^\circ, 80^\circ, 75^\circ, 70^\circ, 65^\circ, 60^\circ, 55^\circ, 50^\circ, 45^\circ$). Измерения твердости проводили на микротвердомере ПМТ-3 при разных нагрузках на индентор в зависимости от твердости материала.

Измерения низкотемпературной (-196...20 °С) микротвердости проводили на установке ПМТН под слоем охлаждающей жидкости [111]. В качестве охлаждающей жидкости использовали жидкий азот и смесь жидкого азота с петролейным эфиром. В этом случае исключается обмерзание поверхности образца с образованием твердых слоев CO₂ и др., достигается равномерность охлаждения и равенство температуры образца и индентора. Измерения температуры проводили термопарой медь-константан. Горячую твердость в интервале (20...900 °С) определяли на модернизированной установке ВИМ-1 конструкции Лозинского [112] в вакууме не ниже 10⁻³ Па. Индентирование проводилось алмазным индентором Виккерса со свободной подвеской (что исключает применение упругих элементов, свойства которых зависят от температуры) при различных нагрузках. Выдержка под нагрузкой

составляла 15 с. Радиационный нагрев образца и индентора осуществлялся молибденовым нагревателем. Температура измерялась с помощью платино-платинородиевой термопары. Измерение отпечатков твердости проводили после охлаждения образца на оптическом и сканирующем электронном микроскопе. Значения твердости при каждой температуре получено в результате усреднения 8...10 измерений.

Для проведения стандартных механических испытаний на растяжение и сжатие были изготовленные образцы, приведенные на рис. 2.1 а, б.



а – растяжение, б – сжатие.

Рисунок 2.1 – Образцы для механических испытаний

Отклонение диаметра образца на растяжение не превышало 0,01 мм по всей рабочей части образца. Для того, чтобы предотвратить концентрацию напряжений, при переходе от головки к рабочей части образца было сделано закругление радиусом 5 мм. После изготовления образцов их поверхность была отшлифована абразивами различной зернистости, а потом – микронной алмазной пастой. Обработка поверхности образцов соответствовала $\sqrt{7}$. Образцы для сжатия были изготовлены в виде цилиндра. С целью сравнения данных, полученных при испытании на растяжение и сжатие, образцы изготавливали с одинаковым диаметром рабочей части, чтобы устранить влияние масштабного фактора. Выбор высоты образцов на сжатие ограничивался с одной стороны необходимостью устойчивости образца во время испытания, а с другой стороны – необходимостью исключить краевые эффекты. Образцы для сжатия были сцентрированы, их поверхность была прошлифована и отполирована.

Испытание образцов на растяжение и сжатие проводили на машине P1246 типа INSTRON с автоматической записью кривой нагружения в диапазоне нагрузок от 1 Н до 100 кН. При выполнении испытания на сжатие для уменьшения сил трения между образцом и поверхностями стальных плит вводились тефлоновые прокладки. Скорость деформации при растяжении и сжатии составляла 10^{-3} с.^{-1} .

В результате испытания информацию о механическом поведении материала мы получали в виде диаграммы в координатах приложенная нагрузка P – изменение длины образца ΔL . В случае испытания на растяжение пластичных материалов мы получаем кривую с максимумом, а при испытании на сжатие – нагрузка непрерывно возрастает с увеличением деформации.

Для построения кривой деформации исследуемого материала диаграмма нагружения в координатах $P - \Delta L$ пересчитывалась в зависимость истинное напряжение σ – истинная деформация ε : где σ – текущее значение истинного напряжения, которое рассчитано с учетом изменения поперечного сечения образца в процессе деформации; ε – истинная деформация, которая рассчитывается с учетом текущего удлинения образца при нагрузке. Значение истинного напряжения при испытании на растяжение было рассчитано по формуле

$$\sigma = \frac{P(1 + \varepsilon)}{S}, \quad (2.1)$$

где S – площадь поперечного сечения образца, ε – соответствующая деформация, которая определяется, как отношение прироста длины образца относительно исходной длины L . Отношение P/S в (2.1) характеризует напряжение, которое рассчитано на исходную площадь образца. Выражение $(1 + \varepsilon)$ учитывает изменение этой площади в процессе деформации. В случае сжатия деформация изменяется таким образом, что формула для вычисления напряжения деформации при сжатии имеет вид

$$\sigma = \frac{P \cdot (1 - \varepsilon)}{S}. \quad (2.2)$$

Значение истинной деформации в случае растяжения было рассчитано по формуле

$$e = \ln(1 + \varepsilon), \quad (2.3)$$

в случае сжатия – по формуле

$$e = \ln(1 - \varepsilon). \quad (2.4)$$

Трещиностойкость карбидокремниевой керамики исследовали на образцах с надрезом (ширина надреза – 0,1 мм) на трехточечный изгиб [113]. Величину критического коэффициента интенсивности напряжений I моды деформаций K_{Ic} , характеризующего трещиностойкость материала, рассчитывали по формуле

$$K_{Ic} = \frac{3L}{2bh^2} \sqrt{c} \cdot Y \cdot P, \quad (2.5)$$

где b и h – ширина и высота образца соответственно (2,5x4 мм), c – глубина надреза, составляющая $1/3 h$; P – разрушающее усилие.

Фактор формы Y вычислялся по формуле

$$Y = 1,93 - 3,07 \left(\frac{a}{h} \right) + 13,66 \left(\frac{a}{h} \right)^2 - 23,98 \left(\frac{a}{h} \right)^3 + 25,22 \left(\frac{a}{h} \right)^4. \quad (2.6)$$

В нашем случае $Y \approx 1,9$.

При испытании керамических материалов на изгиб не было зафиксировано макроскопической пластической деформации, предшествующей разрушению. Это позволяет считать, что разрушение наступало на прямолинейном участке диаграммы нагрузка – стрела прогиба.

Рентгеновские исследования структуры поверхности каналов проникания кинетического ударника после динамических испытаний преград из алюминиевых сплавов были выполнены на рентгеновском дифрактометре в излучении $\text{Cu-K}\alpha$. Рентгеновские дифракционные линии снимали по «точкам» с использованием максимально узкой вертикальной щели после

рентгеновской трубки. Таким образом, влияние кривизны поверхности, на которую воздействовал ударник, было максимально устранено.

В качестве метода исследования дислокационной структуры деформированного алюминиевого сплава АМг5 после проникания кинетического ударника использовался метод трансмиссионной электронной микроскопии. Исследования выполняли на электронном микроскопе JEM-100СХ при ускоряющем напряжении 100 кВ. Приготовление объектов для электронной микроскопии осуществляли методом электролитического утонения.

Фрактографический анализ изломов керамических образцов выполнялся на рентгеновском микроанализаторе Superprobe 733 (JEOL, Япония)

При разработке представлений о характеристике пластичности при 0 К были использованы положения физики конденсированного состояния, а также физики прочности и пластичности.

3 РАЗВИТИЕ ПРЕДСТАВЛЕНИЙ О ХАРАКТЕРИСТИКЕ ПЛАСТИЧНОСТИ МАТЕРИАЛОВ δ_H , ОПРЕДЕЛЯЕМОЙ ПРИ ИНДЕНТИРОВАНИИ

3.1 Введение

В разделе 1 было показано, что характеристика пластичности, определяемая при индентировании δ_H , хорошо соответствует физическому определению пластичности материала – способности материала к формоизменению, которое остается после снятия нагрузки. В работах [26] был рассчитан параметр δ_H для различных моно- и поликристаллических материалов и сплавов и показано, что значение δ_H отражает сложившиеся из стандартных механических испытаний представления об их пластичности: ГЦК металлы более пластичны, чем ОЦК; карбид вольфрама WC более пластичен, чем другие тугоплавкие соединения (карбиды, бориды, оксиды).

Во время нашей работы с большим классом керамических материалов, а также при разработке методики построения кривых деформации с использованием серии алмазных инденторов с различными углами при вершине, выяснилось, что в случае использования инденторов с большими углами при вершине γ (близкими к 90° , т.е. малых деформаций под индентором) выражения для определения общей деформации под индентором ε_i (1.11) и параметра δ_H (1.36, 1.37) нуждаются в уточнении. Это обусловлено тем, что величина ε_i оценивалась в [26] из предположения о несжимаемости материала в области контакта (как в модели Джонсона [22]). При малых степенях деформации ε_i (больших γ) вклад упругой деформации ε_e в общую деформацию становится существенным (также как для

высокотвердых керамических материалов упругая деформация существенна при всех значениях γ).

Наши работы [114-116 и др.] является дальнейшим развитием идей работ [26, 24, 25] и позволяет существенно уточнить формулы для расчета деформаций ε_p и ε_t . В отличие от [26] предположение о несжимаемости материала используется только при определении пластической части деформации ε_p , а не общей деформации ε_t . Поэтому предлагаемые новые формулы позволяют рассчитывать ε_p и ε_e для высокотвердых материалов даже при очень малой величине общей деформации ε_t , когда доля упругой деформации ε_e велика, а доля пластической ε_p мала.

Предложены новые формулы позволяющие рассчитать ε_p и ε_e для высокотвердых материалов даже при очень малой величине общей деформации ε_t , когда доля упругой деформации ε_e велика, а доля пластической деформации ε_p мала. Полученные формулы позволили учесть деформацию самого индентора и использовать инденторы разной геометрии, что дало возможность строить кривые деформации $HM - \varepsilon_t$, начиная с очень тупых инденторов (γ близко к 90°), т.е. от очень малых значений ε_t (см. раздел 4).

В нашей работе [117] продолжено изучение специфического характера температурной зависимости характеристики пластичности δ_H , что позволило ввести понятие о характеристике пластичности при 0 К $\delta_H(0)$ – как пластичности при дислокационном механизме деформации без помощи термических флуктуаций, т.е. в тех условиях, при которых рассчитывается напряжение Пайерлса-Набарро.

3.2 Расчет пластической деформации при внедрении индентора с учетом несжимаемости материала под индентором при определении только пластической части деформации

Нами определялась средняя (по области контакта) пластическая деформация $\varepsilon_p = \langle \varepsilon_{33}^p \rangle$ в направлении приложения нагрузки. В работе [26] для определения общей средней деформации $\varepsilon = \langle \varepsilon_{33} \rangle$ использовалось условие несжимаемости материала под индентором

$$\varepsilon_{11} + \varepsilon_{22} + \varepsilon_{33} = 0. \quad (3.1)$$

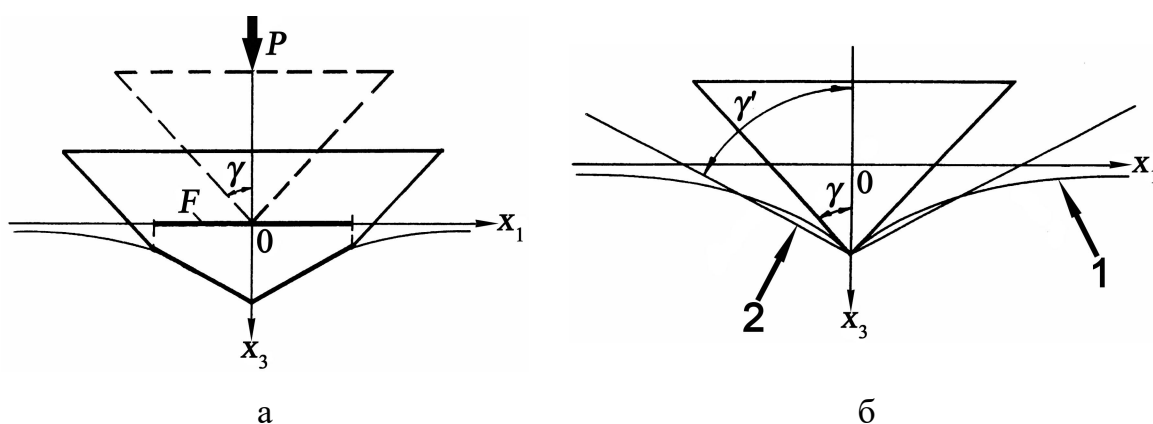
Это условие позволило получить выражение (1.11) в предположении абсолютной жесткости индентора, имеющего форму правильной четырехгранной пирамиды с углом между гранями 2γ (для пирамиды Виккерса $2\gamma = 136^\circ$). Однако, правильнее использовать условие несжимаемости лишь для пластической части деформации и считать, что

$$\varepsilon_p = \langle \varepsilon_{33}^p \rangle = -(\langle \varepsilon_{11}^p \rangle + \langle \varepsilon_{22}^p \rangle). \quad (3.2)$$

Отсюда (используя предположения об упругом разгрузении и повторном нагружении отпечатка, а также о форме последнего) для вычисления ε_p по аналогии с выражением (1.11), полученным в [26], находим выражение

$$\varepsilon_p = -\ln \sin \gamma', \quad (3.3)$$

где γ' – угол между осью и гранью пирамиды, аппроксимирующей поверхность отпечатка (рис. 3.1). Это выражение по форме напоминает формулу (1.11), однако, оно записано для пластической деформации и в нем используется угол γ' ($\gamma' \geq \gamma$, γ – угол между гранью и осью недеформированного индентора), определяющий среднюю остаточную деформацию ε_p . Очевидно, что формула (3.3) является приближенной, поскольку в действительности поверхность отпечатка не является боковой поверхностью пирамиды («грани» отпечатка не являются плоскостями, см. рис. 3.1).



а – пунктиром показан индентор до индентирования, сплошной линией дано его положение под нагрузкой. F – проекция области контакта на плоскость $x_3 = 0$; б – индентор и отпечаток после разгрузки, 1 – поверхность отпечатка после разгрузки, 2 – поверхность пирамиды, аппроксимирующей поверхность этого отпечатка.

Рисунок 3.1 – Геометрическая схема внедрения пирамидального индентора ($x_3 = 0$ – поверхность образца)

В этой формуле угол γ' следует рассматривать как некоторый эффективный угол, т.е. угол между гранью и осью пирамиды, аппроксимирующей отпечаток в определенном далее механическом смысле формул (3.4), (3.5). Введение эффективного угла γ' оправдано тем, что рассматриваются средние, а не локальные, по области контакта величины ε_e и ε_p . На основании предположения об упругом разгрузении и повторном упругом нагружении отпечатка для вычисления угла γ' далее мы использовали результаты работ [24, 25], где для упругого контакта пирамидальных тел были получены формулы, обобщающие формулы Герца, связывающие параметры процесса контакта (сближение тел, модули упругости тел, геометрические параметры тел и областей контакта, напряжения и перемещения).

В частности, использовалась формула, полученная соавтором Б.А. Галановым

$$\langle p \rangle = - \langle \sigma_{33} \rangle = kE_{ef} \beta, \quad (3.4)$$

где $k = 0,565$ – для индентора Викакерса, E_{ef} – эффективный модуль Юнга (см формулу (1.6) в разделе 1.2.1) и $\beta = ctg\gamma - ctg\gamma'$.

Из формулы (3.4) при $\langle p \rangle = HM$ (см. (1.8)) следует

$$ctg\gamma' = ctg\gamma - \frac{HM}{kE_{ef}}. \quad (3.5)$$

В этом случае учитывается упругая деформацию индентора через эффективный модуль Юнга E_{ef} , также может быть рассчитан эффективный угол γ' .

Очевидно, что использование теоретического упругого решения для получения формулы (3.4) является приближенным, т.к. оно имеет бесконечные давления под индентором на его ребрах и в вершине. Однако, это приближение полагается оправданным из соображений аналогичных [22]: возможные области пластического течения при повторном нагружении являются пренебрежимо малыми, ввиду малости величины β , а также в связи с тем, что в формуле (3.5) фактически используется среднее давление $\langle p \rangle = HM$, а не локальное. Кроме того, заметим также, что использование для средних величин равенства $\langle p \rangle = HM$ дает, на наш взгляд, следующий вполне удовлетворительный локальный результат. Из (3.3) и (3.5) получили

$$\varepsilon_p = -\ln \sqrt{1 + \left(ctg\gamma - \frac{HM}{kE_{ef}} \right)^2}, \quad (3.6)$$

В формулах (3.4) и (3.6) в коэффициент k отвечает за геометрию инденторов и принимается равным:

$k = 0,565$, $\beta = ctg\gamma - ctg\gamma'$ – для клина с углом при вершине 2γ [22];

$k = 0,565$, $\beta = ctg\gamma - ctg\gamma'$ – для правильных трехгранной и четырехгранной пирамиды с углом наклона граней к силе P , равным γ (для трехгранного индентора Берковича $\gamma = 65^\circ$, для

четырехгранного индентора Виккерса $\gamma = 68^\circ$) [118];

- $k = 0,5, \beta = \text{ctg}\gamma - \text{ctg}\gamma'$ – для конуса с углом при вершине 2γ [22];
- $k = 0,425, \beta = \frac{d}{D_1} - \frac{d}{D_2}$ – для параболоида вращения с радиусом кривизны при его вершине $R = D_1/2$ (d – диаметр отпечатка, а $D_2/2$ – радиус сферы отпечатка) [24].

3.3 Характеристика пластичности δ_H , полученная методом индентирования с учетом несжимаемости материала под индентором при определении только пластической части деформации

Полученные выше соотношения позволяют рассчитать характеристику пластичности δ_H по следующей формуле

$$\delta_H = \varepsilon_p / (\varepsilon_e + \varepsilon_p), \quad (3.7)$$

где ε_e определяется по формуле (1.16), а ε_p – по (3.6).

Как видно из изложенного, в основе предлагаемой методики определения δ_H лежат формулы (1.16), (3.4) и (3.6), причем формула (1.16) не зависит от изменения формы индентора.

Нами было проведено исследование [114, 116] по уточнению разницы между значениями характеристики пластичности, рассчитанной по формуле (1.36), и этого же значения характеристики пластичности, но определенное по уравнению (3.7). Характеристика пластичности была рассчитана для широкого класса материалов с различным характером межатомной связи: ковалентные монокристаллы (Si, Ge); широкий класс частично ковалентных тугоплавких соединений в виде монокристаллов (Al_2O_3 , SiC, TiC, ZrC, NbC, WC); металлы с ОЦК решеткой в виде монокристаллов или отожженных

поликристаллов (Cr, Mo, W, Nb, Fe), с ГПУ решеткой (Zr, Ti) и ГЦК решеткой (Al, Cu); интерметаллиды на основе алюминия; аморфные материалы на основе Fe, Co в виде лент, полученных спиннингом; квазикристаллы на основе Al.

Такой выбор материалов для исследования был обусловлен широким интервалом значений твердости (0,16...34 ГПа), отношения HV/E (0,002...0,074) и характеристики пластичности δ_H (0,28...0,99). Нагрузка на индентор P варьировалась в интервале 0,5...2 Н, в котором практически отсутствует зависимость твердости от нагрузки для всех исследуемых материалов. Упругие характеристики материалов и результаты исследований представлены в табл. 3.1.

Таблица 3.1 – Материалы и их характеристики: твердость HV ; модуль Юнга материала E ; коэффициент Пуассона ν ; упругая ε_e , пластическая ε_p (рассчитанная по (3.7)) и общая ε_t деформации под индентором Виккерса, а также характеристика пластичности δ_H , определенная по формулам (1.36) и (3.7)

Материал		HV , ГПа	E , ГПа	ν	E_{ef} , ГПа	ε_e , %	ε_p , %	ε_t , %	δ_H , определенная по формулам	
									(1.36)	(3.7)
Металлы	Al	0,16	71	0,35	76	0,10	7,42	7,52	0,99	0,99
	Fe	1,40	211	0,28	192	0,40	7,08	7,48	0,95	0,95
Тугоплавкие соединения	WC (0001)	16,7	700	0,31	472	1,28	5,36	6,64	0,83	0,81
	NbC (100)	24	550	0,21	390	3,31	3,94	7,25	0,56	0,54
	TiB ₂	33	540	0,28	394	3,72	2,89	6,61	0,51	0,44

Видно, что значения параметра δ_H , рассчитанные двумя методами, практически совпадают для всех металлов. Это обусловлено малой степенью

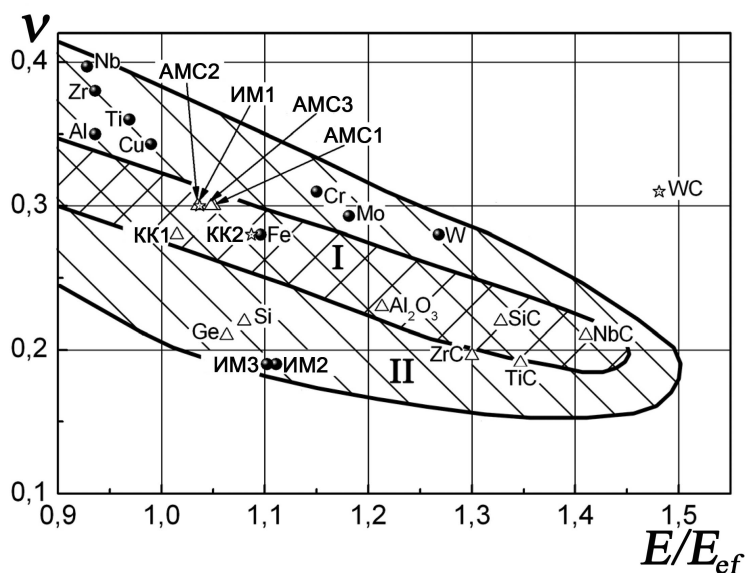
упругой деформации при индентировании металлов пирамидой Виккерса. Расчет по уравнению (1.36) показал, что в этом случае для всех металлов ($\varepsilon_e < 0,5\%$). Отметим, также что доля упругой деформации в общей деформации, которая может быть легко рассчитана как $(1 - \delta_H)$ очень мала.

В отличие от металлов для ряда высокотвердых тугоплавких соединений расчет показал отличие между величинами δ_H , рассчитанной по формулам (1.36) и (3.7), т.е. метод позволяющий учесть упругую деформацию индентора, следует признать предпочтительным для этого класса материалов.

Нами были проанализированные зависимости δ_H от HV/E при различных значениях ν , E/E_{ef} (рис. 3.2), которые показали, что для большинства материалов, за исключением высокотвердых тугоплавких соединений, с достаточной точностью можно использовать расчет δ_H по формуле (1.36), что позволяет использовать эту более простую формулу в дальнейшем в аналитических расчетах зависимости пластичности от структурных параметров и внешних факторов (температура, скорость деформации и др.).

Таким образом, для высокотвердых материалов со значительным уровнем упругих деформаций ε_e по индентором при расчете характеристики пластичности δ_H всегда необходимо учитывать упругую деформацию самого индентора и проводить расчет по формуле (3.7). В аналитических расчетах и при практической оценке характеристики пластичности можно пользоваться более простой формулой (1.36) ($\delta_H = 1 - 14,3 \cdot (1 - \nu - 2\nu^2) HV/E$).

На основании выполненных исследований изученные материалы были разбиты на группы по значению δ_H (табл. 3.2) и по мере уменьшения пластичности расположены в порядке: металлы (0,99...0,92) – интерметаллиды (0,87...0,76) – АМС (0,60...0,58) – квазикристаллы (0,71...0,48) – тугоплавкие соединения (0,81...0,29) и ковалентные кристаллы (0,44...0,36).



HV/E : ● – $< 0,02$; ☆ – $< 0,04$; △ – $> 0,04$;

интерметаллиды (ИМ): ИМ1 – Al_3Ti , ИМ2 – $Al_{61}Cr_{12}Ti_{27}$, ИМ3 – $Al_{66}Mn_{11}Ti_{23}$;

аморфные металлические сплавы (АМС): АМС1 – $Fe_{83}B_{17}$,

АМС2 – $Fe_{40}Ni_{38}Mo_4B_{18}$, АМС3 – $Co_{50}Ni_{10}Fe_5Si_{12}B_{17}$;

квазикристаллы (КК): КК1 – $Al_{63}Cu_{25}Fe_{12}$; КК2 – $Al_{70}Pd_{20}Mn_{10}$.

Рисунок 3.2 – Расположение исследованных материалов в координатах E/E_{ef} – ν . В области I можно использовать соотношение (1.36) при $HV/E \leq 0,06$, в области II соотношение (1.36) можно использовать при $HV/E \leq 0,03$

Таблица 3.2 – Характеристика пластичности δ_H и деформации под индентором (ε_e , ε_p , ε_t) для разных классов материалов при комнатной температуре

Материал		HV , ГПа	E , ГПа	ν	ε_e , %	ε_p , %	ε_t , %	δ_H
ГЦК-металлы	Al	0,16	71	0,35	0,10	7,42	7,52	0,99
	Cu	0,45	130	0,343	0,16	7,33	7,49	0,98
ОЦК-металлы	Cr	1,30	298	0,31	0,23	7,23	7,46	0,97
	Nb	1,13	104	0,397	0,34	6,9	7,24	0,95
	Mo (111)	1,85	324	0,293	0,33	7,12	7,45	0,96
	Fe	1,40	211	0,28	0,40	7,08	7,48	0,95
	W (001)	4	420	0,28	0,58	6,77	7,35	0,92
ГПУ-металлы	Ti иодидный	1,03	120	0,36	0,35	7,01	7,37	0,95
	Zr иодидный	1,07	98	0,38	0,39	6,89	7,28	0,95
Интер-металлиды	$Al_{66}Mn_{11}Ti_{23}$	2,04	168	0,19	0,97	6,69	7,66	0,87
	$Al_{61}Cr_{12}Ti_{27}$	3,20	178	0,19	1,43	6,28	7,71	0,81
	Al_3Ti	4,94	156	0,3	1,78	5,5	7,28	0,76
Аморфные металлические сплавы	$Fe_{40}Ni_{38}Mo_4B_{18}$	7,4	152	0,3	2,73	4,52	7,25	0,62
	$Co_{50}Ni_{10}Fe_5Si_{12}B_{17}$	8,6	167	0,3	2,89	4,33	7,22	0,60
	$Fe_{83}B_{17}$	9,3	171	0,3	3,05	4,16	7,22	0,58
Квази-кристаллы	$Al_{70}Pd_{20}Mn_{10}$	7,0	200	0,28	2,13	5,21	7,33	0,71
	$Al_{63}Cu_{25}Fe_{12}$	7,43	113	0,28	4,00	3,68	7,68	0,48
Тугоплавкие соединения	WC (0001)	16,7	700	0,31	1,28	5,36	6,64	0,81
	NbC (100)	24	550	0,21	3,31	3,94	7,25	0,54
	TiC (100)	24	465	0,191	4,10	3,54	7,64	0,46
	ZrC (100)	22	410	0,196	4,21	3,53	7,74	0,46
	TiB ₂	33	540	0,28	3,72	2,89	6,61	0,44
	Al ₂ O ₃ (0001)	20,4	323	0,23	4,53	3,21	7,74	0,41
	α -SiC (0001)	34	457	0,22	5,49	2,25	7,74	0,29
Ковалентные кристаллы	Ge (111)	7,2	130	0,21	4,20	4,07	8,27	0,44
	Si (111)	10,5	160	0,22	4,84	3,47	8,31	0,36

3.4 Влияние температуры и скорости деформации на характеристику пластичности δ_H

Как уже было показано в разделе 1.4, твердость, измеренная пирамидальными инденторами, соответствует напряжению течения при некоторой фиксированной степени деформации, и при описании температурной зависимости твердости использовалась теория, описывающую условный предел текучести σ_S [40, 41]. В соответствии с этой теорией для кристаллов с высоким напряжением Пайерлса-Набарро в интервале холодной деформации ($0 \text{ K} < T < T^*$) температурная зависимость твердости описывалась выражением (1.26).

Используя соотношения (1.26) и (1.37) и, пренебрегая температурной зависимостью модуля Юнга [109, 120] по сравнению с зависимостью $\sigma_S(T)$, получаем

$$\delta_H = \delta_H(0) + \frac{AT}{VE}, \quad (3.8)$$

где $\delta_H(0)$ – пластичность при 0 К

$$\delta_H(0) = 1 - \frac{C \cdot \sigma_S(0)}{E \varepsilon_t} \cdot (1 - \nu - 2\nu^2) = 1 - \frac{HM(0)}{E \varepsilon_t} (1 - \nu - 2\nu^2) \quad (3.9)$$

$$\text{и } A = \frac{Ck}{\varepsilon_t} \cdot (1 - \nu - 2\nu^2) \ln \frac{M}{\dot{\varepsilon}}. \quad (3.10)$$

Видно, что при низких температурах δ_H должна линейно увеличиваться с ростом температуры и уменьшаться по логарифмическому закону при увеличении скорости деформации. Известно, что напряжение течения σ_S и микротвердость HM могут зависеть от скорости нагружения $\dot{\varepsilon}$. Однако, ряд экспериментальных данных показывает, что при приближении к 0 К все зависимости предела текучести от температуры $\sigma_S(T)$, полученные при разных скоростях нагружения, сходятся в одну точку при 0 К, поскольку при

0 К термоактивируемые процессы (определяющие зависимость $\sigma_s(\dot{\epsilon})$ от T при 0 К) отсутствуют [40, 45]. Следовательно, $\delta_H(0)$ не зависит или слабо зависит от скорости нагружения.

Анализ полученных экспериментальных результатов позволил представить температурную зависимость $\delta_H(T)$ для ковалентных кристаллов и ОЦК металлов (для кристаллов с высоким напряжением Пайерлса-Набарро) в трех температурных интервалах (холодной, теплой и горячей деформации) в виде схемы на рис. 3.3). Границей между температурными интервалами холодной и теплой деформации является характеристическая температура деформации T^* , а границей между интервалами теплой и горячей деформации является температура рекристаллизации T_r .

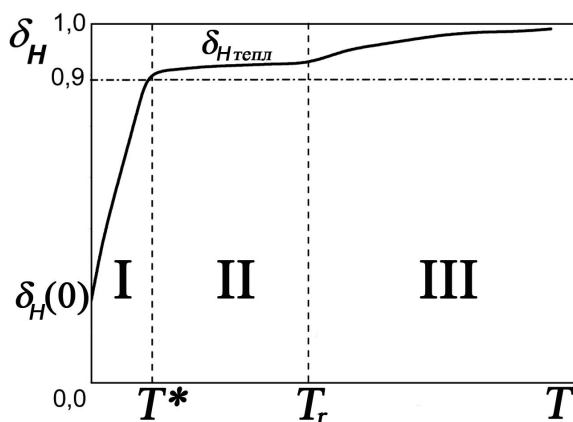


Рисунок 3.3 – Схема зависимости от температуры характеристики пластичности $\delta_H(T)$ в температурных интервалах холодной (I), теплой (II) и горячей (III) деформации

При более высоких температурах, близких к характеристической температуре деформации T^* , наблюдается экспоненциальная зависимость условного предела текучести σ_s и твердости от температуры (1.25) (раздел 1.4).

В этом случае получаем

$$\delta_H = 1 - \frac{14,3(1-\nu-2\nu^2)C \cdot const}{E} \exp \frac{U}{3kT} \quad (3.11)$$

и δ_H экспоненциально снижается при уменьшении температуры ниже T^* , и эта экспоненциальная кривая плавно переходит в прямую (3.9).

Если температура $T > T_r$ (интервал горячей деформации) материалы обладают высокой пластичностью, параметр δ_H увеличивается и приближается к 1.

Нами было проведено исследование температурной зависимости характеристики пластичности $\delta_H(T)$ широкого круга разных материалов: высоко чистых металлических монокристаллов или отожженных поликристаллов; монокристаллов Si и Ge; тугоплавких соединений в виде монокристаллов (WC, SiC, NbC) и безпористых поликристаллических TiC, ZrC. Мы использовали опубликованные литературные данные по температурной зависимости твердости $HV(T)$ [46, 109, 121-123] и провели дополнительно ряд измерений $HV(T)$.

Температурная зависимость δ_H для разных материалов приведена на рис. 3.4 – 3.8. Полученная нами линейная зависимость $\delta_H(T)$ в области криогенных температур позволила экстраполировать зависимость характеристики пластичности $\delta_H(T)$ на 0 К. При этом для металлов среднеквадратичное отклонение составило $< 2 \%$, а для других материалов $< 3 \%$.

Известно, что в работах В.Д. Нацика, В.В. Пустовалова, В.С. Фоменко и др. [124] при изучении сплавов на основе Pb и сплава Ti-O обнаружена одна из низкотемпературных аномалий пластичности – немонотонная температурная зависимость предела текучести с максимумом в области температур 10...20 К. Эта аномалия интерпретировалась как проявление перехода от режима термически активированного движения дислокаций через примесные барьеры к термоинерционному режиму, который происходит в результате уменьшения фонного торможения при охлажде-

нии. Низкотемпературные исследования твердости хрома до температуры жидкого гелия (4,2 К) не показали отклонений от линейной зависимости $HV(T)$ [40, 109] и для большинства материалов с разной кристаллической структурой экспериментально был подтвержден линейный характер зависимости $\delta_H(T)$ при низких температурах $T < T^*$, это позволило нам экстраполировать $\delta_H(0)$ на 0 К.

В табл. 3.3 приведены значения δ_H при 20 °С и значения δ_H при 0 К, полученные экстраполяцией. Значение $\delta_H(0)$, рассчитанное по (3.9) с точностью $\pm 3\%$ совпадает со значениями $\delta_H(0)$, полученным экстраполяцией зависимости $\delta_H(T)$ на 0 К.

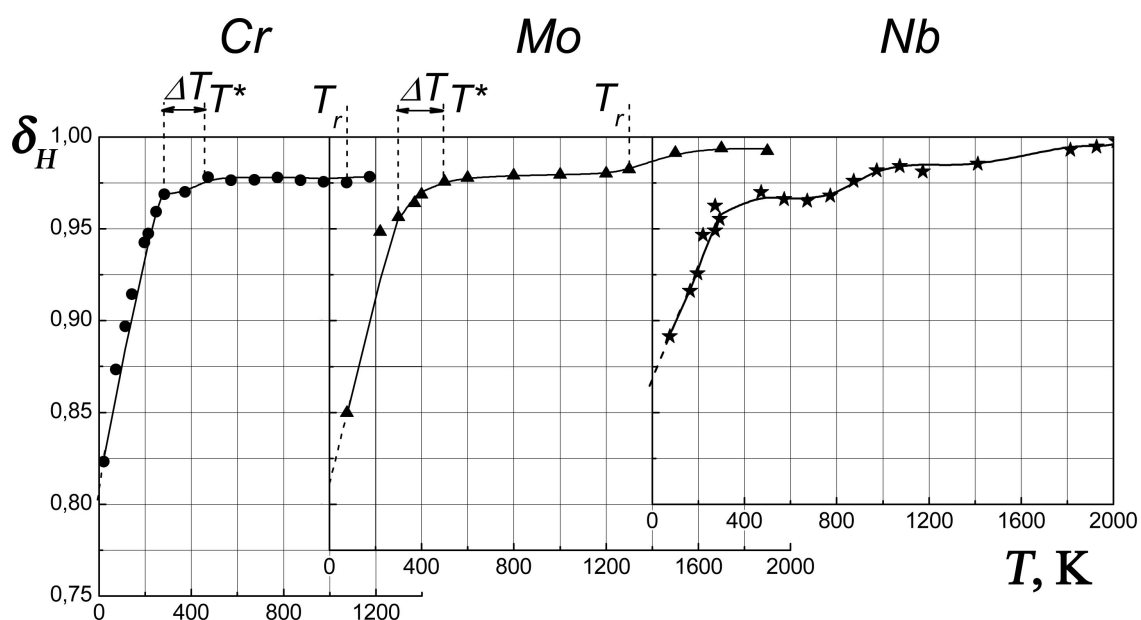


Рисунок 3.4 – Зависимость характеристики пластичности δ_H от температуры для Cr, Mo и Nb. Для Mo и Cr отмечены значения характеристической температуры T^* и температуры рекристаллизации T_r .

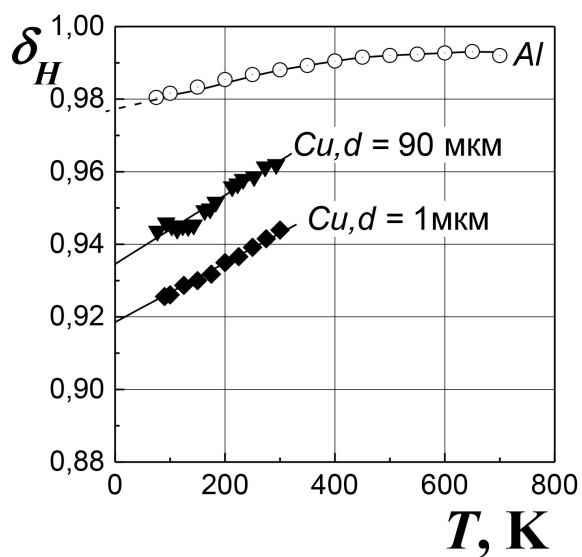


Рисунок 3.5 – Температурная зависимость характеристика пластичности δ_H для Al и Cu, построенная по данным $HV(T)$ работ [122] и [109, 123] соответственно

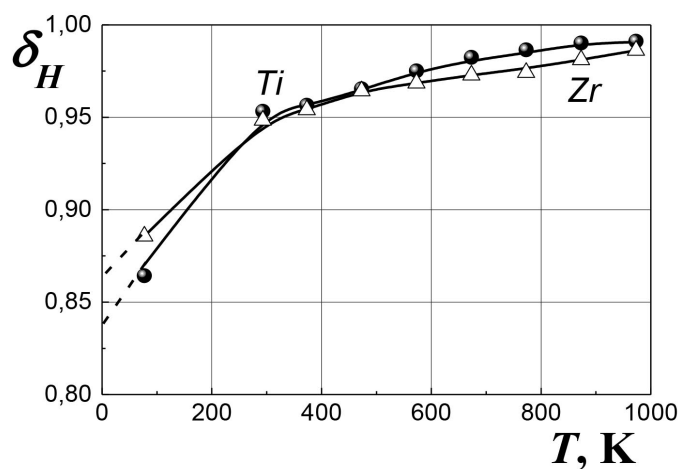


Рисунок 3.6 – Температурные зависимости характеристика пластичности δ_H для йодидных Ti и Zr

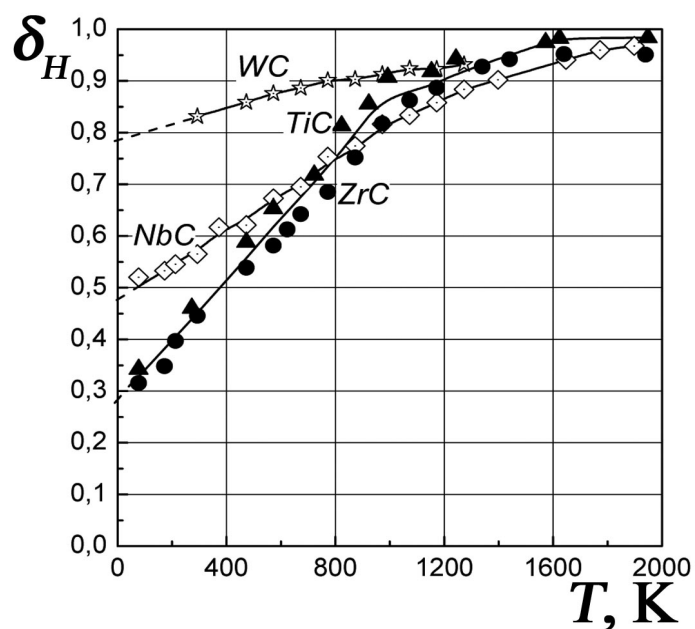
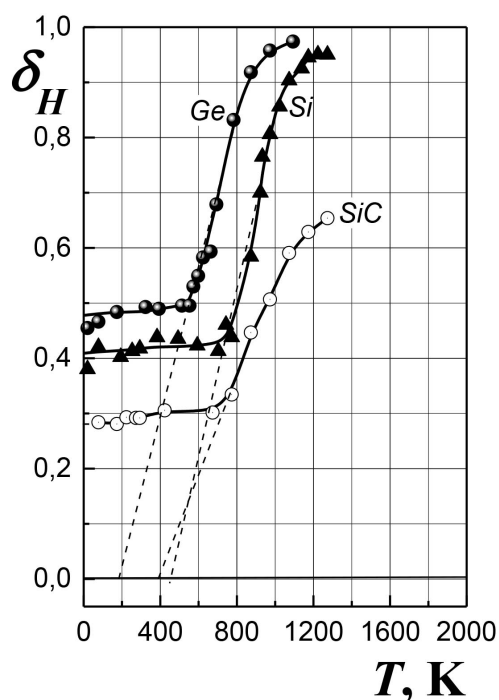


Рисунок 3.7 – Температурная зависимость характеристики пластичности δ_H для тугоплавких соединений WC, NbC, ZrC и TiC



○ SiC монокристалл, плоскость (0001); ▲ Si монокристалл, плоскость (111);
● Ge монокристалл, плоскость (111).

Рисунок 3.8 – Температурная зависимость характеристики пластичности δ_H для монокристаллов Si, Ge и SiC

Таблица 3.3 – Значения характеристик пластичности δ_H (при комнатной температуре, при 0 К и в интервале теплой деформации) и температуры T_C для исследованных материалов

Материалы		δ_H (20 °C)	δ_H (0)	$\delta_{H\text{ тепл}}$	T_C , К
ГЦК металлы	Al	0,99	0,98		
	Cu (d \approx 90 мкм)	0,96	0,94		
	Cu (d \approx 1 мкм)	0,94	0,92		
ОЦК металлы	Cr	0,97	0,81	0,98	
	Mo (111)	0,96	0,81	0,98	
	Nb	0,96	0,87	0,97	
	Fe	0,95	0,88	0,95	
ГПУ металлы	Ti (йодидный)	0,95	0,84	0,96	
	Zr (йодидный)	0,95	0,86	0,96	
Тугоплавкие соединения	α -SiC (0001)	0,29	0/0,28*	0,65	400
	Al ₂ O ₃ (0001)	0,40	0,21	0,90	
	TiC (100)	0,46	0,28	0,95	
	ZrC (100)	0,45	0,28	0,94	
	NbC (100)	0,56	0,48	0,91	
	WC (0001)	0,83	0,79	0,93	
Ковалентные кристаллы	Si (111)	0,42	0/0,41*	0,95	460
	Ge (111)	0,49	0/0,45*	0,97	190

Примечание.

*) числитель – $\delta_H(0)$ при дислокационном механизме деформации, знаменатель – с учетом фазового перехода при индентировании или изменения механизма деформации при индентировании (SiC);

$\delta_{H\text{ тепл}}$ – характеристика пластичности в интервале теплой деформации;

T_C – температура, при которой $\delta_H = 0$ при дислокационном механизме деформации и в отсутствии фазового перехода в Si, Ge. Для ее определения

на рис. 3.8 выполнена экстраполяция $\delta_H(T)$ из области дислокационного механизма деформации. Для SiC не принимался во внимание низкотемпературный участок, на котором ведущим механизмом формирования отпечатка является разрушение.

3.5 Пластичность при 0 К как характеристика пластичности материалов при дислокационном механизме деформации (без помощи термических флуктуаций)

Подробное исследование поведения характеристики пластичности δ_H в интервале холодной деформации (рис. 3.4 – 3.8), как было показано выше, для всех материалов (за исключением Si, Ge, когда процесс деформации идет с фазовым переходом, см. раздел 1.5.2) показало резкое снижение δ_H с уменьшением температуры и линейный характер зависимости $\delta_H(T)$ в температурной области, примыкающей к 0 К. Образование в некоторых случаях практически атермического участка зависимости $H(T)$ и $\delta_H(T)$, прилегающего к 0 К, может быть обусловлено такими факторами как фазовый переход в процессе индентирования, смена механизма деформации скольжение \rightarrow двойникование, а также тем, что ведущим механизмом образования отпечатка твердости в малопластичных материалах при низких температурах может стать механизм разрушения, а не пластической деформации (см. раздел 5 и [125]). В рассматриваемом интервале холодной деформации типичным является хаотическое распределение дислокаций. Дислокационные стопоры здесь нестабильные в связи с высоким уровнем внешних напряжений, и дислокационные границы практически не формируются. Деформационное упрочнение обусловлено взаимодействием подвижных дислокаций с дислокациями «леса» и его вклад можно считать

атермическим. Подвижность дислокаций в кристаллах со значительной долей ковалентной составляющей в межатомной связи определяется в основном термически активируемым преодолением барьеров Пайерлса и снижается при уменьшении температуры. По этой причине пластическая деформация при снижении температуры затрудняется, твердость HM возрастает, а характеристика пластичности δ_H снижается.

Для рассмотрения зависимости пластичности при 0 К от параметров термически активируемого движения дислокаций, температуры плавления (T_m) и модуля Юнга на основе уравнения (3.9), с использованием формулы (1.23) было получено соотношение

$$\delta_H(0) \approx \delta_{H\text{менл}} - \frac{\sqrt{UT_m} \cdot \ln \frac{M}{\dot{\varepsilon}}}{VE} B, \quad (3.12)$$

где U – энергия активации движения дислокаций;

$\delta_{H\text{менл}}$ – пластичность в температурном интервале теплой деформации, которая слабо зависит от температуры и $\delta_{H\text{менл}} \approx \text{const}$ (см. рис. 3.3);

B – параметр, который вычисляется как $B = \frac{Ck(1-\nu-2\nu^2)}{\varepsilon_t \sqrt{21}k^{1/2}}$.

Из выражения (3.9) видно, что пластичность при 0 К $\delta_H(0)$ уменьшается с ростом $\sigma_s(0)$ и увеличивается с ростом модуля Юнга E и коэффициента Пуассона ν .

Выражение (3.12) устанавливает связь $\delta_H(0)$ с параметрами термоактивируемого движения дислокаций, а также T_m и E . Из этого выражения следует, что увеличение высоты потенциальных барьеров U и снижение их ширины V приводит к уменьшению $\delta_H(0)$. Увеличение

температуры плавления T_m также снижает $\delta_H(0)$. И только рост модуля упругости E приводит к увеличению $\delta_H(0)$.

Предел текучести при 0 К обычно состоит из двух компонент: термической $\sigma_{St}(0)$ и атермической σ_{Sa} , так что

$$\sigma_S(0) = \sigma_{St}(0) + \sigma_{Sa}, \quad (3.13)$$

где $\sigma_{St}(0)$ в кристаллах с ковалентной составляющей в межатомной связи соответствует напряжению Пайерлса-Набарро, тогда как σ_{Sa} определяется структурными факторами, а также упрочнением за счет легирующих и примесных элементов и дисперсных частиц второй фазы.

Из выражений (3.13) и (3.9) четко видно, что увеличение напряжения Пайерлса-Набарро $\sigma_{St}(0)$, которое можно считать фундаментальным свойством совершенного кристалла с ковалентной составляющей межатомной связи, снижает пластичность $\delta_H(0)$.

Значение $\delta_H(0)$ для совершенного кристалла, в котором σ_{Sa} пренебрежимо мало, также можно считать фундаментальной характеристикой материала при дислокационном механизме деформации. Таким образом, $\delta_H(0)$ является пластичностью при надбарьерном движении дислокаций без помощи термических колебаний атомов также как напряжение Пайерлса-Набарро является напряжением течения при надбарьерном движении дислокаций. При этом естественно следует учесть, что $\delta_H(0)$, как и при других температурах, зависит от степени деформации ε_t . А условный предел текучести $\sigma_S(0)$ определяется при деформации ε_t . Важно, что для сравнения пластичности разных материалов следует принимать $\varepsilon_t \approx const$.

Из выражений (3.13) и (3.9) видно также, что повышение σ_{Sa} за счет, например, повышения плотности дислокаций, уменьшения размера зерна,

твердорастворного упрочнения легирующим элементом или дисперсного упрочнения частицами второй фазы также снижает $\delta_H(0)$.

Важно отметить, что модуль Юнга E , который является важнейшим параметром, определяющим теоретическую прочность кристаллов [126], входит также и в выражение (3.9), причем рост E приводит не только к увеличению теоретической прочности, но и к повышению пластичности $\delta_H(0)$.

Как уже отмечалось, при более высоких температурах, вблизи характеристической температуры деформации T^* , σ_S экспоненциально снижается с ростом температуры, а δ_H соответственно экспоненциально растет с ростом температуры.

Из табл. 3.3 и рис. 3.5 видно, что в ГЦК металлах (Al, Cu) значение δ_H при комнатной температуре существенно превышает критическое значение δ_{Hcr} и, как известно, эти металлы обладают высокой пластичностью до разрушения δ не только при комнатной температуре, но и при криогенных температурах, включая температуру жидкого водорода и даже гелия [40, 109]. Интересно, что значения δ в этих металлах обычно даже возрастает со снижением температуры ниже комнатной. Это можно объяснить повышением деформационного упрочнения при снижении температуры. Рост деформационного упрочнения, как уже отмечалось, увеличивает стадию равномерной деформации до образования стабильной «шейки», но не вызывает в этих металлах переход к хрупкому разрушению, поскольку предел текучести растет сравнительно слабо при снижении температуры и остается ниже напряжения разрушения. Оценки показывают, что для этих металлов и при 0 К $\delta_H(0) > \delta_{Hcr}$. Запас пластичности в этих металлах оказывается столь существенным, что даже при измельчении зерна до 1 мкм

$\delta_H > \delta_{Hcr}$ не только при комнатной температуре, но и при 0 К (см. также табл. 3.3). Однако, в микрокристаллической меди при размере зерна $d \approx 90$ мкм уже при комнатной температуре $\delta_H > \delta_{Hcr}$ пластичность до разрушения δ составляет только 1...2 % [123].

В высокочистых монокристаллах ОЦК металлов также $\delta_H > \delta_{Hcr}$ при комнатной температуре, т.е. они имеют некоторую пластичность и при испытании на растяжение. Однако, при снижении температуры вследствие значительной доли ковалентной составляющей в межатомной связи и высокого напряжения Пайерлса-Набарро в этих металлах резко растет предел текучести и твердость [43], а характеристика пластичности δ_H резко снижается (рис. 3.4) и при 0 К уже $\delta_H(0) < \delta_{Hcr}$, т.е. в этих металлах при снижении температуры ниже комнатной происходит переход пластичность – хрупкость.

Нами не рассматривались технически чистые ОЦК металлы и сплавы на их основе, в которых температура хладноломкости может быть и выше комнатной (в особенности в металлах VIA группы Cr, Mo, W [127]).

Примерно такая же ситуация наблюдается в плотноупакованных ГПУ металлах. В табл. 3.3 приведены результаты для йодидных титана и циркония. При комнатных температурах $\delta_H > \delta_{Hcr}$, но при 0 К $\delta_H(0) < \delta_{Hcr}$.

В ковалентных кристаллах Si и Ge уже при комнатной температуре $\delta_H < \delta_{Hcr}$ (рис. 3.8). В этих кристаллах наблюдается наиболее резкий рост предела текучести и твердости при снижении температуры. Однако, в широком интервале температур, прилегающем к 0 К, в этих кристаллах индентирование сопровождается фазовым переходом полупроводник → металл и твердость имеет примерно постоянное значение и уже не отражает

напряжение течения [64, 128]. Поэтому для оценки δ_H при дислокационном механизме деформации в этих кристаллах экстраполяцию зависимости $\delta_H(T)$ можно проводить только из более высокотемпературной области, где механизм деформации имеет дислокационный характер. Такая экстраполяция показала, что значение $\delta_H = 0$ достигается в этих кристаллах при некоторой температуре T_C , которая значительно выше 0 К (см. рис. 3.8). Значения T_C для этих кристаллов также приведены в табл. 3.3 и показано, что в этих кристаллах $\delta_H(0) = 0$ при дислокационном механизме деформации, но реально, вследствие фазового перехода, $\delta_H(0)$ существенно выше. В карбиде SiC низкотемпературный атермический участок на зависимости $H(T)$ обусловлен изменением механизма деформации – при низких температурах ведущим механизмом образования отпечатка при индентировании становится разрушение, а не пластическая деформация [125].

В тугоплавких соединениях со значительной долей ковалентной составляющей межатомной связи (SiC, Al₂O₃, TiC, ZrC, NbC, WC) $\delta_H < \delta_{Hcr}$ уже при 20 °С и наблюдается дальнейшее снижение δ_H при понижении температуры (рис. 3.7), так что $\delta_H(0)$ для большинства этих кристаллов очень низкое. Отметим, что карбид вольфрама WC имеет более высокое, чем другие рассматриваемые соединения значение δ_H как при комнатной температуре, так и при 0 К, что можно объяснить большой величиной модуля Юнга E и более низким отношением HM/E .

Как видно из изложенных результатов, пластичность $\delta_H(0)$ существенно различается для материалов с различным типом межатомной связи и различной атомной структурой: от чрезвычайно высоких значений для ГЦК металлов и до низких в ковалентных кристаллах.

Таким образом, $\delta_H(0)$ является характеристикой пластичности материала при дислокационном механизме деформации в отсутствие тепловых колебаний атомов и может рассматриваться как фундаментальная характеристика, которая должна обсуждаться для каждого материала вместе с величиной напряжения Пайерлса-Набарро.

3.6 Выводы к разделу 3

Разработана методика определения характеристики пластичности δ_H , учитывающая несжимаемость материала под индентором при определении только пластической части деформации. Это позволяет определять δ_H высокотвердых материалов с высоким уровнем упругой деформации под индентором. δ_H была определена для кристаллических материалов с различным типом межатомной связи и различной кристаллической структурой, а также аморфных металлических сплавов и квазикристаллических материалов и показано, что по убыванию пластичности материалы можно расположить в порядке: металлы (0,99...0,92) – интерметаллиды (0,87...0,76) – аморфные металлические сплавы (0,60...0,58) – квазикристаллы (0,71...0,48) – тугоплавкие соединения (0,81...0,29) – ковалентные кристаллы (0,44...0,36).

Для высокотвердых материалов со значительным уровнем упругих деформаций ε_e под индентором при расчете характеристики пластичности δ_H необходимо учитывать упругую деформацию самого индентора и проводить расчет по формуле $\delta_H = \varepsilon_p / (\varepsilon_e + \varepsilon_p)$ (3.7) с учетом $\varepsilon_e = -\frac{HM}{E}(1 - \nu - 2\nu^2)$

$$(1.16) \text{ и } \varepsilon_p = -\ln \sqrt{1 + \left(\text{ctg} \gamma - \frac{HM}{kE_{ef}} \right)^2} \quad (3.6). \text{ В аналитических расчетах и при}$$

практической оценке характеристики пластичности δ_H можно пользоваться более простой формулой $\delta_H = 1 - 14,3(1 - \nu - 2\nu^2) \frac{HV}{E}$.

Введена и рассчитана фундаментальная характеристика пластичности при 0 К – $\delta_H(0)$ при дислокационном механизме деформации без помощи термических колебаний атомов, т.е. в условиях, при которых определяется напряжение Пайерлса-Набарро.

Пластичность при 0 К $\delta_H(0)$ определена методом индентирования путем экстраполяции экспериментальных данных на 0 К. Такая экстраполяция оказывается возможной благодаря линейной зависимости $\delta_H(T)$ в достаточно широком интервале температур, прилегающем к 0 К, что подтверждается теоретически и экспериментально.

Получено аналитическое выражение для $\delta_H(0)$, из которого следует, что повышение напряжения Пайерлса-Набарро, а также любое упрочнение материала, даже имеющее атермический характер (повышение плотности дислокаций, снижение размера зерна, твердорастворное упрочнение легирующими элементами, дисперсионное твердение и др.), приводят к снижению характеристики пластичности $\delta_H(0)$.

Установлена аналитическая связь пластичности при 0 К $\delta_H(0)$ с параметрами термически активируемого движения дислокаций (энергией активации движения дислокаций U и активационным объемом V), а также с температурой плавления T_m и модулем Юнга E . Увеличение высоты потенциальных барьеров (U), снижение их ширины (V) и повышение T_m приводят к снижению $\delta_H(0)$. В тоже время рост модуля Юнга E , который определяет и прочностные характеристики, приводит к увеличению $\delta_H(0)$. Показано, что понижение пластичности δ_H при снижении температуры в

широком температурном интервале, прилегающем к 0 К, и обычно включающем комнатную температуру, обратно пропорционально произведению $V \cdot E$. Для ГЦК металлов, для которых V очень велико, снижение δ_H оказывается несущественным.

Проанализированы реальные значения $\delta_H(0)$ для ряда ГЦК, ОЦК и ГПУ металлов высокой чистоты, а также тугоплавких соединений и ковалентных кристаллов. ГЦК металлы сохраняют удовлетворительный уровень пластичности при 0 К, достаточный для пластического поведения при испытании на растяжение. В ОЦК и ГПУ металлах $\delta_H(0)$ снижено так, что при испытании на растяжение вблизи 0 К эти материалы хрупки. Однако, значение $\delta_H(0)$ для этих металлов значительно выше, чем для тугоплавких соединений (например, карбидов) и ковалентных кристаллов. Показано, что для Si, Ge экстраполяция δ_H из области дислокационной пластичности на низкие температуры приводит к значениям $\delta_H = 0$ уже при 460 К для Si и 190 К для Ge. Однако, пластическая деформация при индентировании в этих материалах в широком температурном интервале, прилегающем к 0 К, идет с фазовым переходом, что обеспечивает в них отличное от нуля значение $\delta_H(0)$.

Пластичность при 0 К $\delta_H(0)$ существенно различается для материалов с различным типом межатомной связи и различной атомной структурой и должны рассматриваться как фундаментальная характеристика материала при дислокационном механизме деформации и обсуждаться для каждого материала одновременно с величиной напряжения Пайерлса-Набарро или точнее с напряжением течения при 0 К $\sigma_S(0)$, которое, кроме напряжения Пайерлса-Набарро, включает атермическую компоненту напряжения течения.

4 ПОСТРОЕНИЕ КРИВЫХ ДЕФОРМАЦИИ МЕТОДОМ ИНДЕНТИРОВАНИЯ ПИРАМИДАЛЬНЫМИ ИНДЕНТОРАМИ

4.1 Разработка методики построения кривых деформации методом индентирования пирамидальными инденторами

Главная идея метода построения кривых деформации состоит в использовании положения Тэйбора, в соответствии с которым, твердость HM определяется условным пределом текучести σ_s при средней деформации под индентором [20].

В разделе 3 было показано, что изменение угла при вершине пирамидального индентора γ позволяет изменять пластическую и общую степень деформации под пирамидальным индентором. Так для подсчета деформации при индентировании трехгранными инденторами использовались формулы для

– пластической деформации ε_p (3.6)

$$\varepsilon_p = -\ln \sqrt{1 + \left(\operatorname{ctg} \gamma - \frac{HM}{0,565 E_{ef}} \right)^2},$$

– упругой деформации ε_e (1.16)

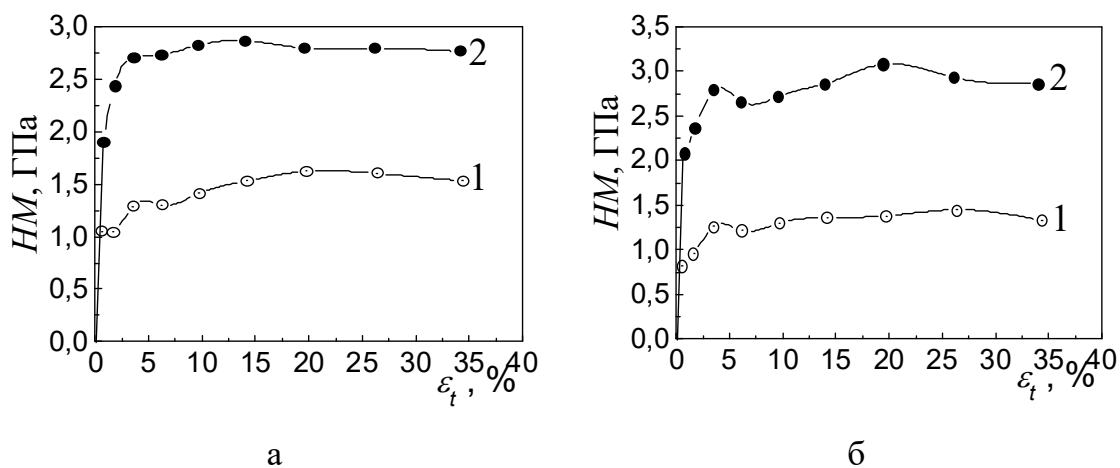
$$\varepsilon_e = \left(1 - \nu - 2\nu^2 \right) \frac{HM}{E},$$

где HM – твердость по Мейеру, измеренная трехгранным пирамидальным индентором с углом при вершине γ ; E_{ef} – эффективный модуль контактной пары индентор – образец по формуле (1.6); ν и E – коэффициент Пуассона и модуль Юнга материала.

При внедрении индентора в образец общая деформация ε_t состоит из пластической деформации ε_p и упругой деформации ε_e и рассчитывается по формуле (1.12)

$$\varepsilon_t = \varepsilon_p + \varepsilon_e.$$

Для построения кривых деформации был изготовлен набор из 9 пирамидальных трехгранных инденторов с различными углами заточки при вершине (85°, 80°, 75°, 70°, 65°, 60°, 55°, 50°, 45°), что позволило изменять степень деформации от 2 до ~35 % общей деформации под индентором. Применение каждого индентора дает возможность получить одну точку на кривой деформации в координатах «твердость по Мейеру HM – общая степень деформации под индентором ε_t ». При построении кривой деформации $HM - \varepsilon_t$ часть кривой, на которой деформация имеет полностью упругий характер, строится в виде прямой по формуле (1.16). На рис. 4.1 приведены такие зависимости $HM - \varepsilon_t$ для армко-Fe и стали 20 в деформированном и отожженном состояниях (данные нашей работы [115]).

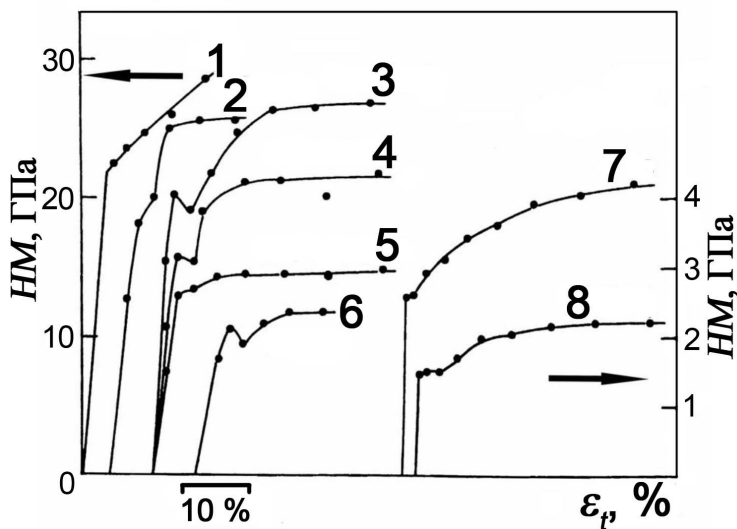


а – армко-Fe; б – сталь 20.

Рисунок 4.1 – Кривые деформации в координатах $HM - \varepsilon_t$ для материалов в деформированном (2) и отожженном состояниях (1)

Для этих материалов мы смогли использовать 9 инденторов, которые соответственно дали 9 точек на кривой. Надо отметить, что для хрупких, малопластичных материалов (керамика, интерметаллиды, квазикристаллы и

др.) не всегда удается использовать все 9 инденторов для измерения твердости, так как при высоких степенях деформации происходит интенсивное хрупкое разрушение отпечатков. В наших работах также были получены кривые деформации ($HM - \varepsilon_i$) методом индентирования (рис. 4.2 по нашей работе [114]) для некоторых хрупких и малопластичных материалов.



- 1 – горячепрессованный V_4C ; 2 – монокристалл $ZrC(001)$;
 3 – монокристалл $WC(0001)$; 4 – сплав $WC-6\%Co$; 5 – $WC-15\%Co$;
 6 – монокристалл $Si(111)$; 7 – горячепрессованный Re ;
 8 – монокристалл $Mo(001)$.

Рисунок 4.2 – Кривые деформации в координатах $HM - \varepsilon_i$

Полученная при индентировании трехгранными инденторами твердость по Мейеру (HM) является средним контактным давлением и может быть пересчитана на напряжение течения при сжатии (σ_s), поэтому полученные кривые $HM - \varepsilon_i$ являются аналогом кривых деформации $\sigma_s - \varepsilon_i$. В разделе 1 описаны теории и формулы (1.3), (1.4), (1.5) и (1.7), которые связывают между собой значения HM и σ_s .

Таким образом, построение кривых деформации методом индентирования открывает существенные новые возможности для определения комплекса механических свойств материалов: верхняя и нижняя

граница текучести, граница пропорциональности, максимальное напряжение течения, напряжение разрушения, деформационное упрочнение на каждом отрезке кривой и прочие характеристики.

4.2 Сравнение кривых деформации стали 45, У8 и сплава ВТ6, полученных методом индентирования пирамидальными инденторами, со стандартными механическими испытаниями

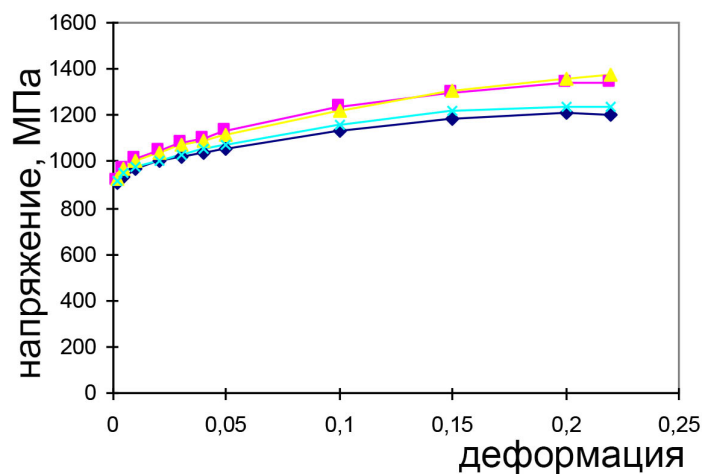
Для отработки методики и выяснения корректности полученных результатов было проведено сравнение механических свойств, определенных стандартными методами испытаний (растяжение и сжатие), и механических свойств, полученных методом индентирования. Исследование проводилось на образцах из стандартных промышленных сплавов: стали 45, стали У8 и сплава Ti-6Al-4V (ВТ6). Сравнение результатов, полученных при испытании на сжатие и на растяжение, с кривыми деформации, построенными методом индентирования было выполнено таким образом, чтобы можно было сравнивать напряжения, которые отвечают одинаковым степеням деформации.

Для изучаемых сплавов была измерена твердость $НМ$ каждым из набора инденторов и пересчитана на предел текучести (σ_{Tabor} , σ_{Tanaka} , $\sigma_{Johnson}$) по соотношениям Тэйбора, Танака и Джонсона (см. раздел 1.2.1 и формулы (1.3), (1.7) и (1.5) соответственно).

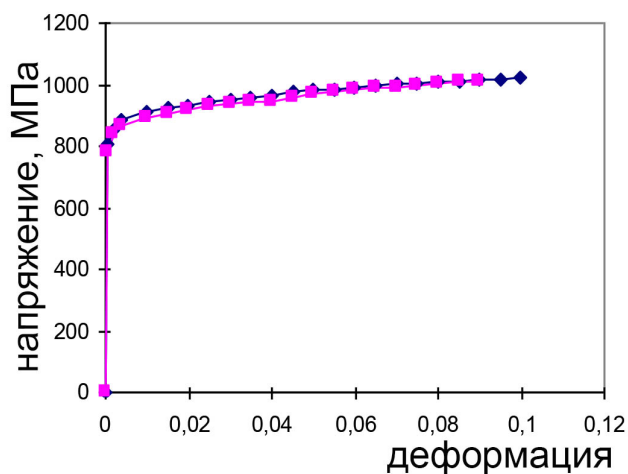
Были проведены стандартные механические испытания на растяжение и сжатие на сталях 45, У8 и сплаве ВТ6. На рис. 4.3 предоставлены типичные деформационные кривые для титанового сплава, полученные при испытании на сжатие и растяжение. При этом кривая упрочнения представляет собой результат усреднения данных 4 образцов при испытании на сжатие и 2 образцов на растяжение.

При испытаниях на растяжение материалов со структурным

упрочнением величина деформирующего напряжения оказывается несколько заниженной за счет структурных дефектов, возникающих при пластической деформации. Это приводит к т.н. *SD*-эффекту в дисперсноупрочненных материалах, когда напряжение течения при испытании на растяжение меньше, чем при испытании на сжатие.



а



б

а – сжатие (результаты испытаний 4 образцов);

б – растяжение (результаты испытаний 2 образцов).

Рисунок 4.3 – Типичные деформационные кривые для сплава ВТ6, полученные при стандартных механических испытаниях

SD -эффект (разность напряжений) находился по формуле

$$SD_{0,2} = \frac{\sigma_{0,2}^{comp} - \sigma_{0,2}^{ten}}{\sigma_{0,2}^{comp}} \cdot 100\%, \quad (4.1)$$

где $\sigma_{0,2}^{comp}$ и $\sigma_{0,2}^{ten}$ – напряжения течения сжатия и растяжения соответственно.

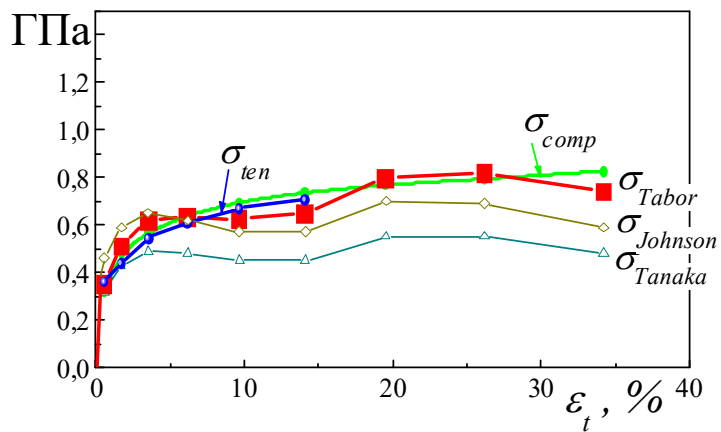
Исследователи этого явления рассматривают разницу в напряжении течения растяжения $\sigma_{0,2}^{ten}$ и сжатия $\sigma_{0,2}^{comp}$ в связи с декогезией частиц второй фазы, которая имеет место при растяжении дисперсноупрочненных материалов. Этот эффект проявляется не только на пределе текучести, но также и при больших степенях деформации.

$SD_{0,2}$ эффект для стали 45 составляет 11 %, для стали У8 – 42 %, для титанового сплава – 9 %.

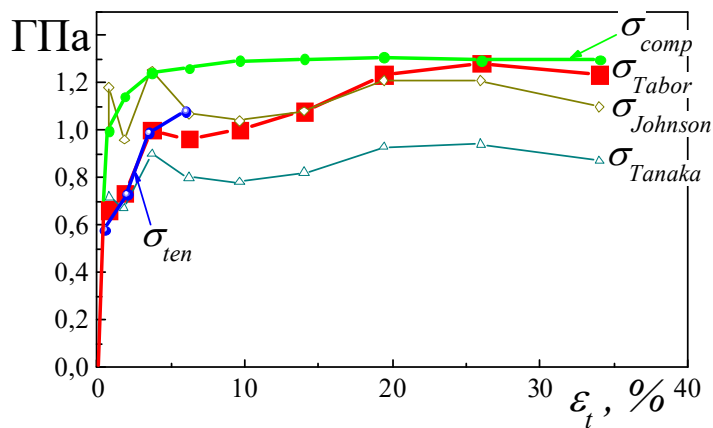
На рис. 4.4 приведены кривые деформации сталей 45 и У8, а также сплава ВТ6, полученные из стандартных механических испытаний на сжатие (σ_{comp}) и растяжение (σ_{ten}), а также кривые деформации, полученные методом индентирования с пересчетом предела текучести по соотношениям Тэйбора (σ_{Tabor} по (1.3), Танака (σ_{Tanaka} по (1.7) и Джонсона ($\sigma_{Johnson}$ по (1.5)).

Как видно, кривые деформации, полученные стандартными методами, лучше всего коррелируют с кривыми, полученными методом индентирования и обработанными по соотношению Тэйбора.

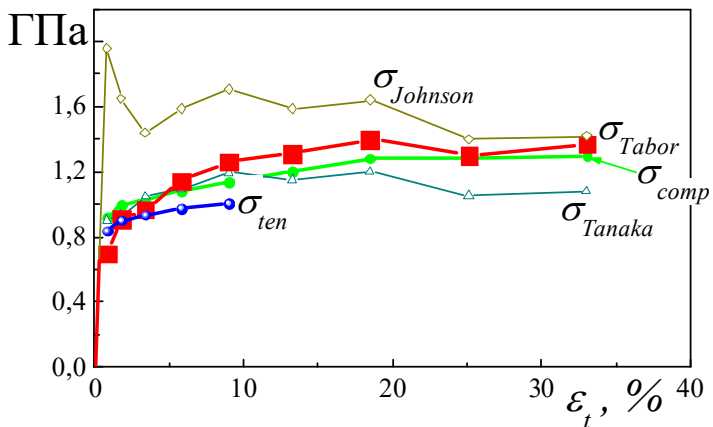
Удовлетворительное совпадение результатов стандартных механических испытаний (на сжатие и растяжение) и индентирования получено для стали 45 и сплава ВТ6, у которых небольшой SD -эффект (11 и 9 %). Для стали У8 ($SD_{0,2} = 42$ %) кривая, полученная методом индентирования и обработанная по соотношению Тэйбора, при небольших степенях деформации совпадает с кривой растяжения, а при бóльших – с кривой на сжатие.



а



б



в

а – сталь 45; б – сталь У8; в – сплав ВТ6.

Рисунок 4.4 – Кривые деформации, полученные стандартными методами испытания на растяжение (σ_{ten}), сжатие (σ_{comp}) и методом индентирования (σ_{Tabor} , σ_{Tanaka} , $\sigma_{Johnson}$)

4.3 Исследование методом индентирования механизма пластической деформации в сильно двойникующихся сплавах с ОЦК-решеткой системы Cr-Mn

4.3.1 Экспериментальные результаты

Как уже отмечалось в разделе 1.5.3, двойникование при деформации существенно меняет механическое поведение материалов. Исследовать закономерности деформации при интенсивном двойниковании в ОЦК-металлах стандартными методами механических испытаний практически невозможно в связи с хрупкостью этих металлов и поэтому исследование проводилось методами индентирования.

В работе [129] нами исследовались интенсивно двойникующиеся сплавы Cr - 42 % масс. Mn и Cr - 50 % масс. Mn (с размером зерна 30 мкм). Интенсивность двойникования при индентировании в сплаве Cr-42Mn была более сильной, чем в сплаве Cr-50Mn. Для сравнения изучался низколегированный хромовый сплав Cr - 0,3 % масс. Y (размер зерна 50 мкм), который не двойникуется при комнатной температуре.

Индентирование проводили индентором Виккерса при разных нагрузках, а также с применением набора алмазных трехгранных пирамидальных инденторов с разными углами заточки. Типичные отпечатки твердости с образующимися вокруг них двойниками приведены на рис. 4.5 и 4.6.

Методом индентирования были построены кривые деформации (рис. 4.7). При этом твердость пересчитывалась на напряжение течения по соотношению Тэйбора (1.3).

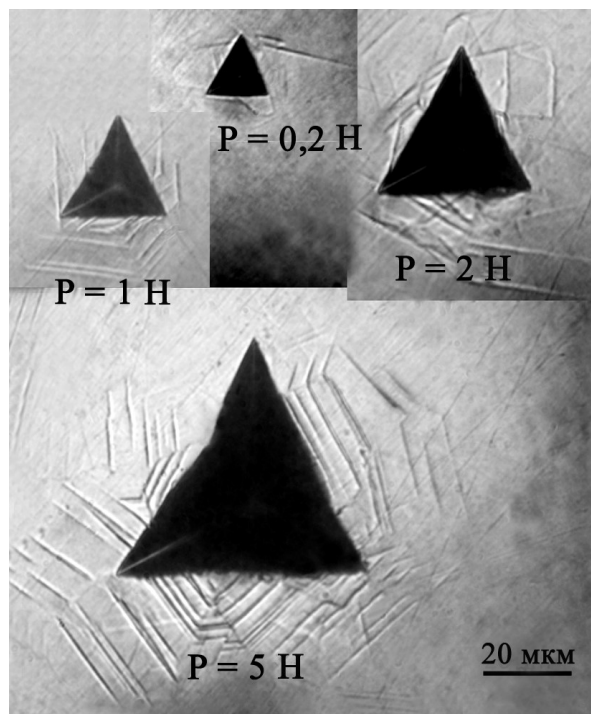


Рисунок 4.5 – Отпечатки микротвердости на сплаве Cr - 42Mn при разной нагрузке, угол при вершине индентора $\gamma = 60^\circ$

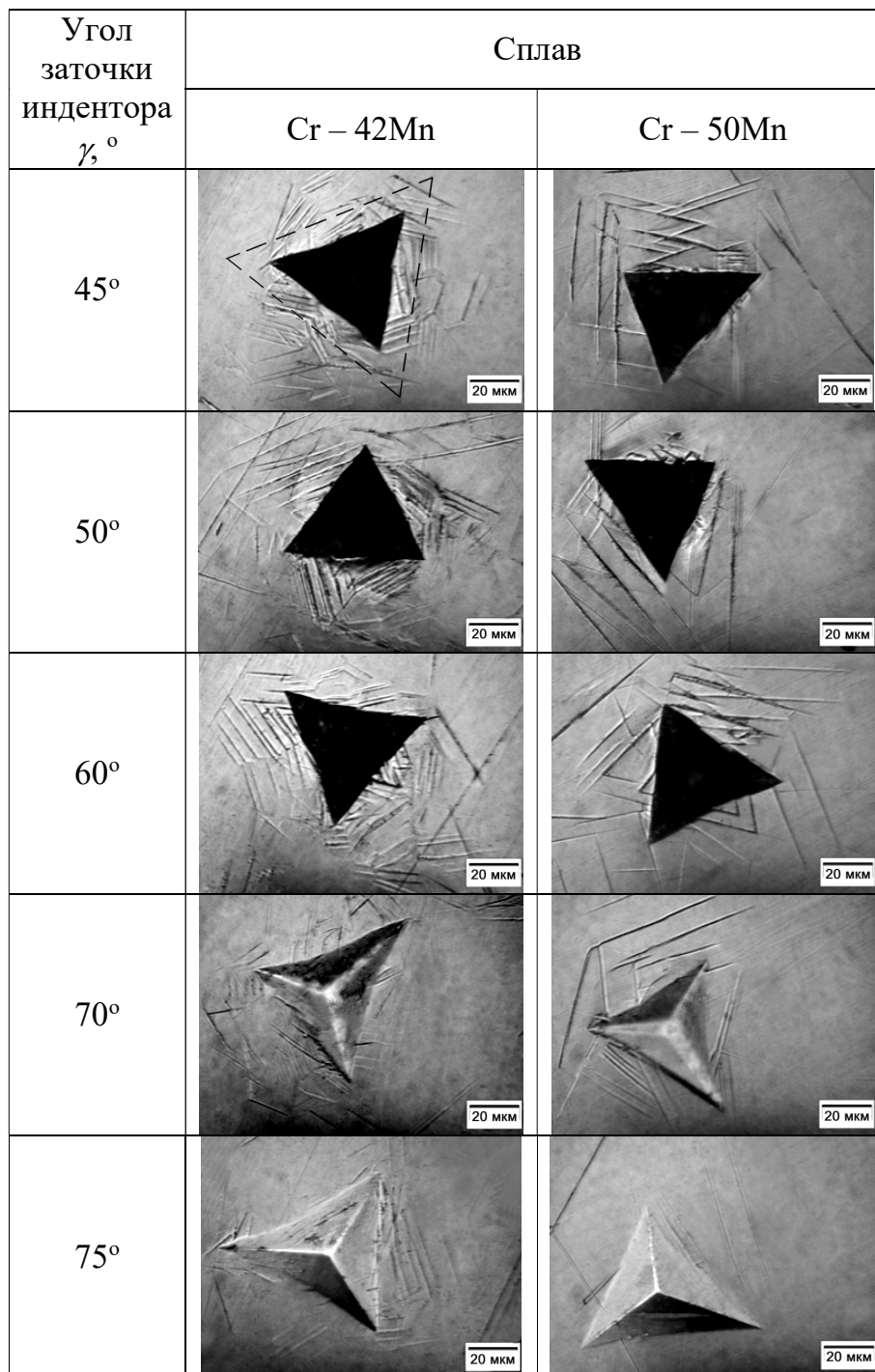


Рисунок 4.6 – Отпечатки микротвердости при нагрузке $P = 5$ Н для сплавов Cr-42Mn и Cr-50Mn. Описанный треугольник для расчета количества двойников показан пунктирной линией вокруг отпечатка твердости в сплаве Cr - 42Mn при $\gamma = 45^\circ$

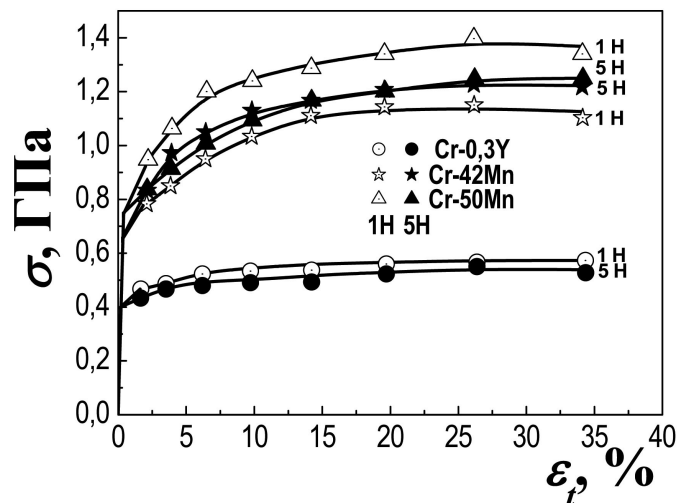


Рисунок 4.7 – Зависимость напряжения течения σ от общей деформации под индентором ε_t для изученных сплавов при нагрузках 1 и 5 Н

4.3.2 Влияние двойникового на зависимость твердости от нагрузки на индентор

В разделе 1.3 описывался прямой размерный эффект твердости при индентировании пирамидальными инденторами, когда с увеличением нагрузки на индентор твердость уменьшается.

В соответствии с соотношением Мейера

$$P = Cd^k, \quad (4.2)$$

где P – нагрузка на индентор, d – диагональ отпечатка, C и k – константы.

Для индентора Виккерса твердость по Мейеру

$$HM = \frac{2P}{d^2} = 2C^{\frac{2}{k}} \cdot P^{1-\frac{2}{k}}. \quad (4.3)$$

При значении $k = 2$ выполняется закон подобия, при этом твердость не зависит от нагрузки P .

Если $k < 2$ твердость снижается с ростом P , а при $k > 2$ твердость увеличивается с ростом P .

На практике для всех кристаллических материалов (также как и для аморфных сплавов) значение $k < 2$, причем отклонение от $k = 2$ возрастет при увеличении отношения HV/E , т.е. при росте упругой составляющей деформации под индентором (см. рис.1.3 [39]).

Зависимость микротвердости от нагрузки для сильно двойникующихся сплавов Cr-50Mn и Cr-42Mn сопоставлена с подобной зависимостью для хромового сплава Cr-0,3Y, в котором двойникование при измерении микротвердости отсутствует (рис. 4.8).

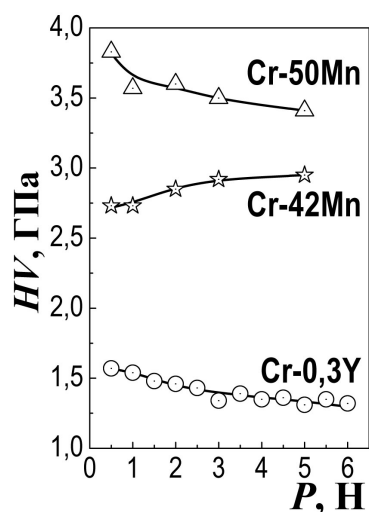


Рисунок 4.8 – Зависимость микротвердости от нагрузки на индентор Виккерса для изученных сплавов

Из рис. 4.8 видно, что в сплаве Cr-0,3Y, а также в сплаве Cr-50Mn твердость при индентировании индентором Виккерса с увеличением нагрузки уменьшается, как обычно для всех материалов. Однако, в интенсивно двойникующемся сплаве Cr-42Mn наблюдается аномальный обратный размерный эффект $H(P)$ – с ростом нагрузки на индентор твердость возрастает. Обработка экспериментальных данных в соответствии с выражением (4.2) позволила определить значение параметра k (рис. 4.9). Для сплава Cr-0,3Y – $k = 1,88$; для Cr-42Mn – $k = 2,23$ и для Cr-50Mn – $k = 1,90$.

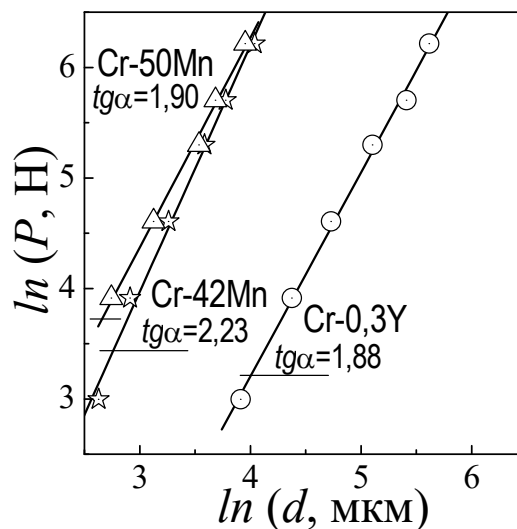


Рисунок 4.9 – Зависимость нагрузки P на индентор Виккерса от диагонали отпечатка микротвердости d

Из этих данных следует, что, действительно, в сильно двойникующемся сплаве Cr-42Mn наблюдается аномальное высокое значение $k > 2$.

Влияние величины нагрузки P на микротвердость было изучено также при использовании трехгранных инденторов с различным углом при вершине γ и нагрузке на индентор 1 и 5 Н (рис. 4.7).

На рис. 4.10 представлена зависимость величины $\Delta H/\Delta P$ ($\Delta H = HM_{5\text{H}} - HM_{1\text{H}}$, где $HM_{5\text{H}}$ и $HM_{1\text{H}}$ – микротвердость, определенная при нагрузке 5 и 1 Н соответственно, $\Delta P = 4$ Н) от общей степени деформации под индентором ε_i . Установлено, что для сплавов Cr-50Mn и сплава Cr-0,3Y величина $\Delta H/\Delta P$ имеет отрицательное значение, что типично для всех кристаллических и аморфных материалов. Однако, для сплава Cr-42Mn эта величина имеет положительное значение при различных степенях деформации. Аномальный рост твердости сплава Cr-42Mn с увеличением нагрузки на индентор связан с развитием интенсивного двойникования.

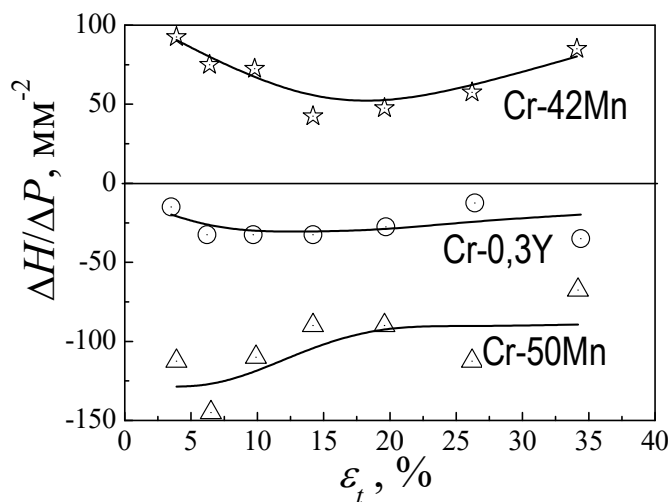


Рисунок 4.10 – Влияние степени общей деформации под индентором ϵ_t на величину $\Delta H/\Delta P$ для сплавов Cr-0,3Y, Cr-42Mn и Cr-50Mn

При использовании трехгранного пирамидального индентора с углом между осью и гранью пирамиды $\gamma = 60^\circ$, двойники вокруг индентора появляются уже при нагрузке 0,2 Н (рис. 4.5). При этом расстояние между двойниковыми пластинами составляет $\lambda = 2 \dots 10$ мкм и снижается при росте нагрузки на индентор, а также при уменьшении угла γ при вершине, т.е. с ростом степени деформации под индентором (рис. 4.6). Т.к. λ существенно меньше размера зерна (30 мкм), то двойниковые прослойки выполняют роль барьеров для скользящих дислокаций и ограничивают длину плоскости скольжения для основного механизма пластической деформации – скольжения.

Было проведено определение количества двойников вокруг отпечатков твердости N и среднее расстояние между двойниковыми пластинами λ . Для этого вокруг трехгранного отпечатка описывали подобный треугольник так, что сторона описанного треугольника отстояла от соответствующей стороны треугольного отпечатка на 10 мкм (см. рис. 4.6), и внутри треугольника определяли N и λ . На рис. 4.11 представлена зависимость N и λ от степени деформации ϵ_t (рис. 4.11).

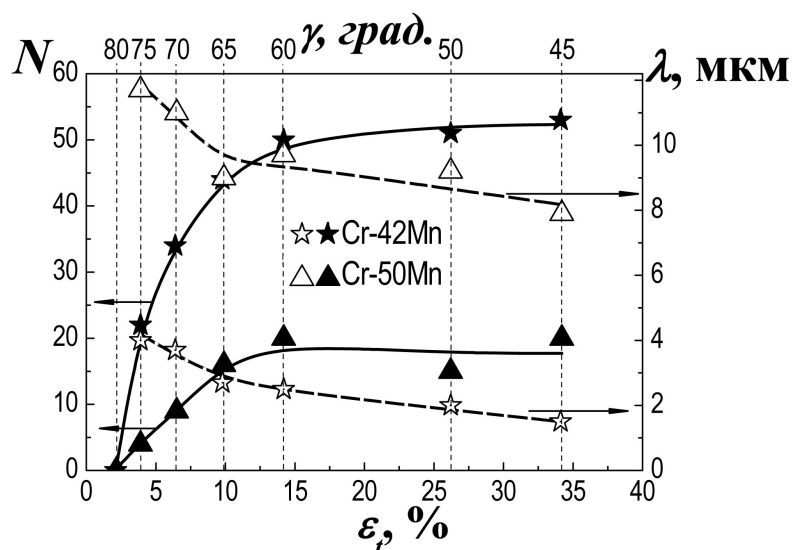


Рисунок 4.11 – Зависимость числа двойников (N) вокруг отпечатка твердости и расстояние между ними (λ) в зависимости от степени деформации при индентировании ϵ_t или угла при вершине индентора γ (при нагрузке на индентор $P = 5$ Н)

Видно, что количество двойников N резко увеличивается, а расстояние между двойниковыми пластинами λ уменьшается при увеличении степени деформации ϵ_t под индентором. При этом в сплаве Cr-42Mn количество двойников в 3...5 раз больше, а расстояние между двойниковыми пластинами примерно в 5 раз меньше, чем в сплаве Cr-50Mn.

Известно [40], что рост нагрузки на индентор P повышает склонность к двойникованию, при этом расстояние между двойниковыми пластинами λ снижается, уменьшается эффективный размер зерна, что в свою очередь приводит к росту твердости. Рост количества двойников с одновременным снижением расстояния между двойниковыми пластинами при повышении нагрузки на индентор P в сплаве Cr-42Mn хорошо видно на рис. 4.5.

Физическая природа зависимости твердости, определяемой пирамидальными инденторами, от нагрузки и, следовательно, от размера отпечатка во многом аналогична масштабной зависимости прочностных характеристик при стандартных механических испытаниях [27]. Как следует

из рис. 4.7, напряжение течения σ , определенное методом индентирования, снижается с увеличением нагрузки на индентор, т.е. с увеличением размера деформируемой области при «нормальном» механизме деформации скольжением. Подобная масштабная зависимость σ наблюдается при увеличении размера образцов при стандартных механических испытаниях. Установленный для сплава Cr-42Mn рост σ при увеличении размера отпечатка (нагрузки) является аномальным явлением.

4.3.3 Кривые деформации двойникующихся сплавов

На рис. 4.7 приведены построенные методом индентирования кривые деформации в координатах «среднее напряжение течения σ – общая средняя деформация под индентором ε_i ». Кривые получены при двух нагрузках на индентор 1 и 5 Н. Для всех сплавов наблюдается деформационное упрочнение при увеличении степени деформации до величины $\varepsilon_i \approx 26\%$. Некоторое разупрочнение или стабилизация значений σ отмечается при увеличении деформации до максимального достигнутого значения $\varepsilon_i \approx 34\%$.

По кривым на рис. 4.7 можно определить предел пропорциональности и условный предел текучести σ , соответствующий заданной величине пластической деформации. Обработка кривых деформации была проведена в соответствии с уравнением Людвига [130]

$$\sigma = \sigma_0 + N\varepsilon_p^n, \quad (4.4)$$

где σ_0 было принято равным пределу пропорциональности, который определялся из рис. 4.7, N и n – коэффициент и показатель деформационного упрочнения соответственно. Значение N при дислокационном механизме деформации согласно [40] может быть представлено в виде

$$N = \alpha \cdot \eta \cdot G \sqrt{\frac{b}{L}}, \quad (4.5)$$

где α – коэффициент порядка 1, G – модуль сдвига, b – модуль вектора Бюргера, L – длина плоскости скольжения.

В соответствии с [27]

$$L \approx 0,15d, \quad (4.6)$$

где d – размер зерна.

Параметр η был введен Такеучи [131]

$$\eta = \sqrt{xy} + \sqrt{(1-x)(1-y)}, \quad (4.7)$$

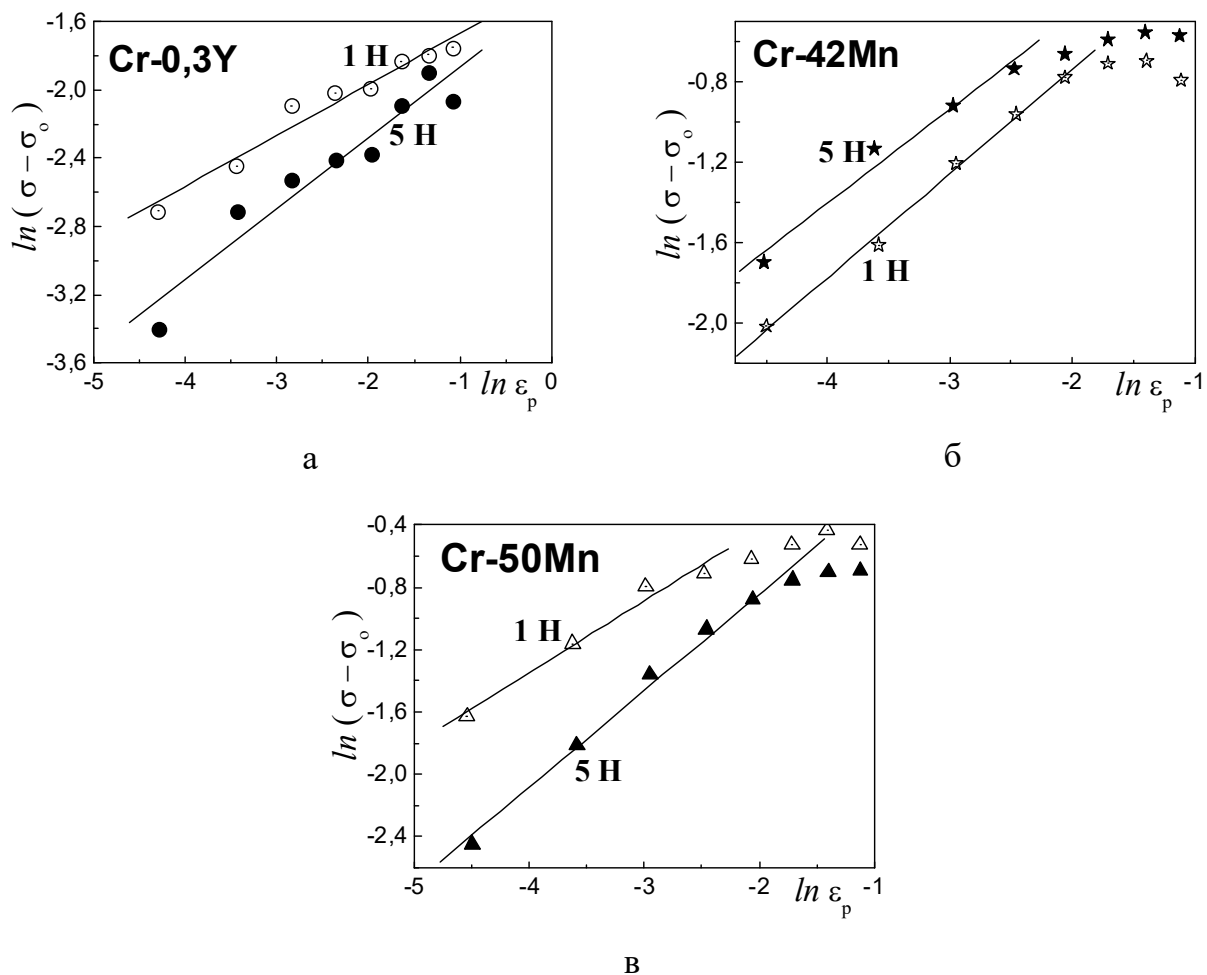
где x – объемная доля кристалла, занимаемая дислокационными границами ячеистой структуры, которая формируется в процессе деформации, y – часть дислокаций, находящихся в границах.

При однородном распределении дислокаций (когда ячеистая структура не формируется) $x = y$ и $\eta = 1$. При образовании ячеистой дислокационной структуры $\eta < 1$, причем, чем четче сформирована ячеистая структура, тем ниже значение η и, следовательно, ниже коэффициент деформационного упрочнения N .

Построение соотношения (4.4) в координатах « $\ln(\sigma - \sigma_0) - \ln \varepsilon_p$ » (рис. 4.12) показало, что упрочнение низколегированного хрома Cr-0,3Y имеет одностадийный характер с параметрами деформационного упрочнения $N \approx 0,25$ и $n \approx 0,4$. В то же время для сильнолегированных и двойникующихся при деформации сплавов Cr-Mn четко различаются две стадии деформационного упрочнения $\varepsilon_t < 10\%$ и $> 10\%$.

При этом на первой стадии $\varepsilon_t < 10\%$ упрочнение сплавов Cr-Mn ($N \approx 1,5$ ГПа) значительно более сильное, чем низколегированного сплава Cr-0,3Y ($N \approx 0,25$ ГПа). Интенсивное деформационное упрочнение (высокое значение коэффициента N на стадии $\varepsilon_t < 10\%$ сопровождается интенсивным развитием двойникования (рис. 4.11), что подтверждает существенную роль

процесса двойникования в механизме пластической деформации этих сплавов.



а – Cr-0,3Y; б – Cr-42Mn; в – Cr-50Mn

Рисунок 4.12 – Зависимость разности между напряжением течения и пределом пропорциональности ($\sigma - \sigma_0$) от пластической деформации ϵ_p для изученных сплавов при двух нагрузках на индентор

Выражение (4.5) позволяет оценить длину плоскости скольжения L в предположении $\alpha\eta = 1$. Принимая для сплавов Cr-Y, Cr-42Mn и Cr-50Mn значения $b = 2,498; 2,505; 2,507 \text{ \AA}$ и $G = 108; 73; 79,7 \text{ ГПа}$ [14] получаем значения $L = 50; 0,52; 0,73 \text{ мкм}$ соответственно. Для сплава Cr-0,3Y реальное значение L соответствует размеру его зерна, тогда как для сплавов Cr-Mn значение L соответствует расстоянию между двойниковыми пластинами.

Следовательно, процесс двойникования, который уменьшает эффективный размер зерна и длину плоскости скольжения L , приводит к росту коэффициента деформационного упрочнения N .

Вместе с тем деформационное упрочнение этих сплавов имеет параболический характер на первой стадии (рис. 4.12), т.к. $n \approx 0,5$. Известно, что такой характер упрочнения типичен для дислокационного механизма упрочнения, когда в процессе деформации образуется «лес дислокаций», т.е. дислокации распределены после деформации хаотически [11]. Именно такой характер дислокационной структуры характерен для сплавов Cr-Mn с низкой энергией дефекта упаковки γ_e . В этом случае $x = y$ в уравнении (4.7) и значение N максимально. В то же время в низколегированном хrome, для которого энергия дефекта упаковки γ_e имеет высокое значение, возможно зарождение в процессе деформации ячеистой дислокационной структуры, что снижает интенсивность деформационного упрочнения, в частности, значение n оказывается ниже 0,5 [11].

Одновременно снижение дефекта упаковки γ_e затрудняет поперечное скольжение винтовых дислокаций, что затрудняет пластическую деформацию скольжением и приводит к повышению предела текучести. Повышенное деформационное упрочнение в сплавах Cr-Mn обусловлено как усложнением скольжения дислокаций, так и уменьшением эффективного размера зерна в процессе деформации за счет интенсивного двойникования. Вторая стадия деформации с уменьшенным деформационного упрочнения в сплавах Cr-Mn наступает при $\varepsilon_t > 10\%$ когда, как видно из рис. 4.11, интенсивность двойникования резко уменьшается. Таким образом, повышенное значение предела текучести и резкое деформационное упрочнение в сплавах Cr-Mn обуславливает хрупкость этих сплавов при стандартных механических испытаниях и только метод индентирования позволяет построить кривые деформации этих сплавов и изучить их деформационное упрочнение.

4.3.4 Характеристика пластичности δ_H сплавов

Для изученных сплавов Cr-0,3Y, Cr-42Mn и Cr-50 Mn из значений твердости HV (при комнатной температуре) была рассчитана характеристика пластичности, которая составила $\delta_H = 0,95; 0,83$ и $0,82$ соответственно. Значения характеристики пластичности для сплавов Cr-42Mn и Cr-50 Mn не превышают критического значения $\delta_{Hcr} = 0,9$, что подтверждает их хрупкость при стандартных механических испытаниях, в отличие от сплава Cr-0,3Y.

4.4 Выводы к разделу 4

Разработана методика построения методом индентирования пирамидальными инденторами с разными углами заточки кривых деформации. Установлено, что для промышленных сплавов (сталей 45, У8 и сплава ВТ6) кривые деформации, полученные методом индентирования, хорошо коррелируют с кривыми деформации, полученными стандартными методами механических испытаний. Во всем диапазоне деформаций лучшая корреляция результатов стандартных механических испытаний наблюдается с результатами, полученными методом индентирования, которые рассчитаны по соотношению Тэйбора $\sigma = HM/3$.

Впервые методом индентирования изучен механизм пластической деформации интенсивно двойнящихся в процессе деформации сплавов системы Cr-Mn. При стандартных механических испытаниях эти сплавы разрушаются хрупко. Применение разработанной методики индентирования с использованием набора пирамидальных алмазных инденторов с различными углами при вершине позволило получить кривые деформации $\sigma - \varepsilon_i$, вплоть до значений $\varepsilon_i = 34 \%$, охарактеризована также пластичность сплавов.

Показано, что на первой стадии деформации при $\varepsilon_t < 10\%$ – деформация имеет дислокационный характер (показатель деформационного упрочнения $n \approx 0,5$). В то же время деформационное упрочнение увеличивается (высокое значение коэффициента деформационного упрочнения $N \approx 1,5$ ГПа) за счет уменьшения в процессе деформации эффективного размера зерна при двойниковании и затруднения деформации скольжением (в связи с низким значением энергии дефекта упаковки), и как следствие, затруднение поперечного скольжения винтовых дислокаций. При $\varepsilon_t > 10\%$ – деформационное упрочнение снижается за счет уменьшения интенсивности двойникования. Показано, что двойникования усиливается при увеличении нагрузки на индентор, что приводит к обратному масштабному эффекту при индентировании пирамидальными инденторами.

5 ОСОБЕННОСТИ ЛОКАЛЬНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ ПРИ ИНДЕНТИРОВАНИИ ПОРИСТОЙ КАРБИДОКРЕМНИЕВОЙ КЕРАМИКИ

5.1 Введение

Актуальность метода индентирования для оценки свойств керамических материалов не вызывает сомнений. Для большинства материалов, полученных спеканием, одной из важнейших характеристик является пористость, которая оказывает сильное влияние на механические свойства материала. В большинстве случаев рост пористости приводит к монотонному снижению характеристик прочности и пластичности, что связано с изменением механизма разрушения, т.е. для спеченных материалов прочностные и пластические свойства существенно зависят от пористости [18, 132, 133]. Если для спеченного железа зависимость твердости от пористости изучена довольно хорошо [18, 132, 134, 135, 136], то влияние пористости на твердость керамических материалов к началу постановки настоящего исследования были представлены не столь подробно [18, 137].

В широком интервале температур (20...900°C) нами исследовалось влияние пористости на твердость карбидокремниевой керамики SiC [125].

5.2 Экспериментальные результаты

Изучалась карбидокремниевая керамика (SiC): компактная и с пористостью $\theta = 5; 16$ и 20% .

Было проведено исследование твердости материалов от нагрузки на индентор (рис. 5.1). Как видно из рис. 5.1, твердость резко снижается с увеличением нагрузки, причем снижение тем резче, чем выше пористость. При малой нагрузке 1 Н твердость измеряли на малопористых участках и

при этой нагрузке твердость практически не зависит от пористости. С увеличением нагрузки на индентор отпечаток твердости увеличивается и включает в себя значительное количество пор. Твердость при этом снижается тем интенсивнее, чем выше пористость материала. Чем больше размер отпечатка, тем более представительным является полученное значение твердости, поскольку при этом на образование отпечатка оказывает влияние больший ансамбль пор под индентором. Поэтому твердость пористых материалов целесообразно измерять при больших нагрузках. Однако, при нагрузке на индентор $P > 50$ Н разрушение под индентором оказывается столь интенсивным, что измерение размера отпечатка теряет достоверность. Поэтому температурную зависимость твердости измеряли при нагрузке $P = 50$ Н.

Температурная зависимость твердости изученной керамики с различной пористостью представлена на рис. 5.2, на котором также обозначена температура вязко-хрупкого перехода T_f (которая обсуждается ниже). Зависимость твердости от пористости при различных температурах представлена на рис. 5.3.

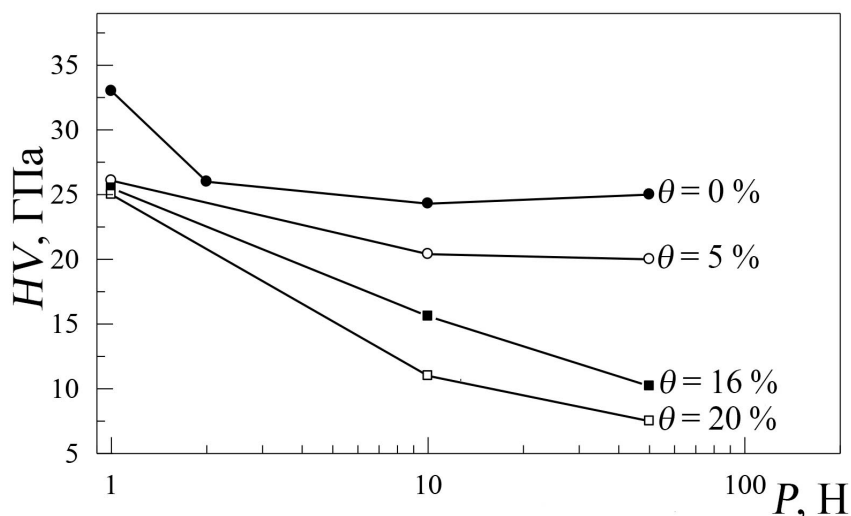
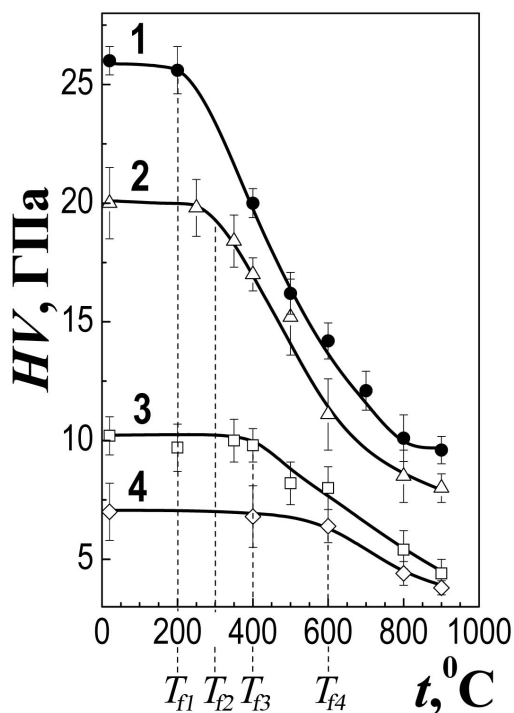


Рисунок 5.1 – Зависимость твердости от нагрузки для карбидокремниевых материалов различной пористости при комнатной температуре

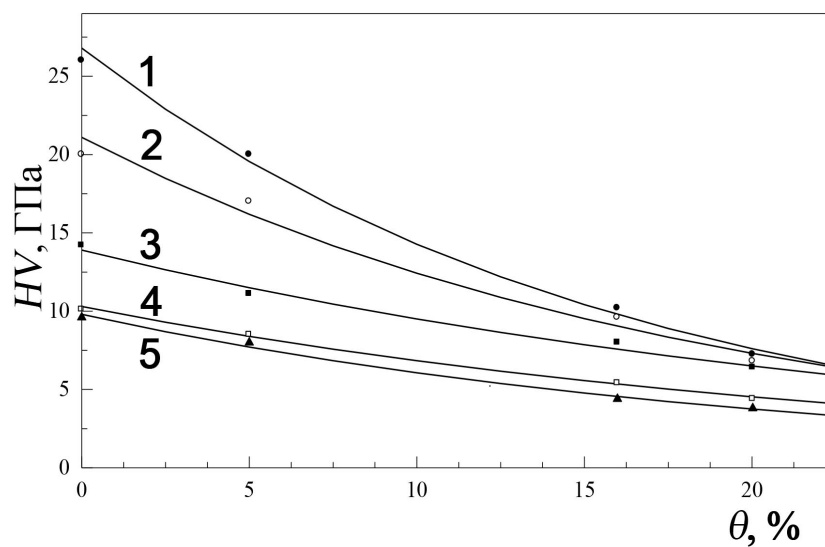


1 – компактная керамика SiC,

2, 3 и 4 – керамика SiC с пористостью $\theta = 5, 16$ и 20% соответственно.

$T_{f1}, T_{f2}, T_{f3}, T_{f4}$ – температуры вязко-хрупкого перехода.

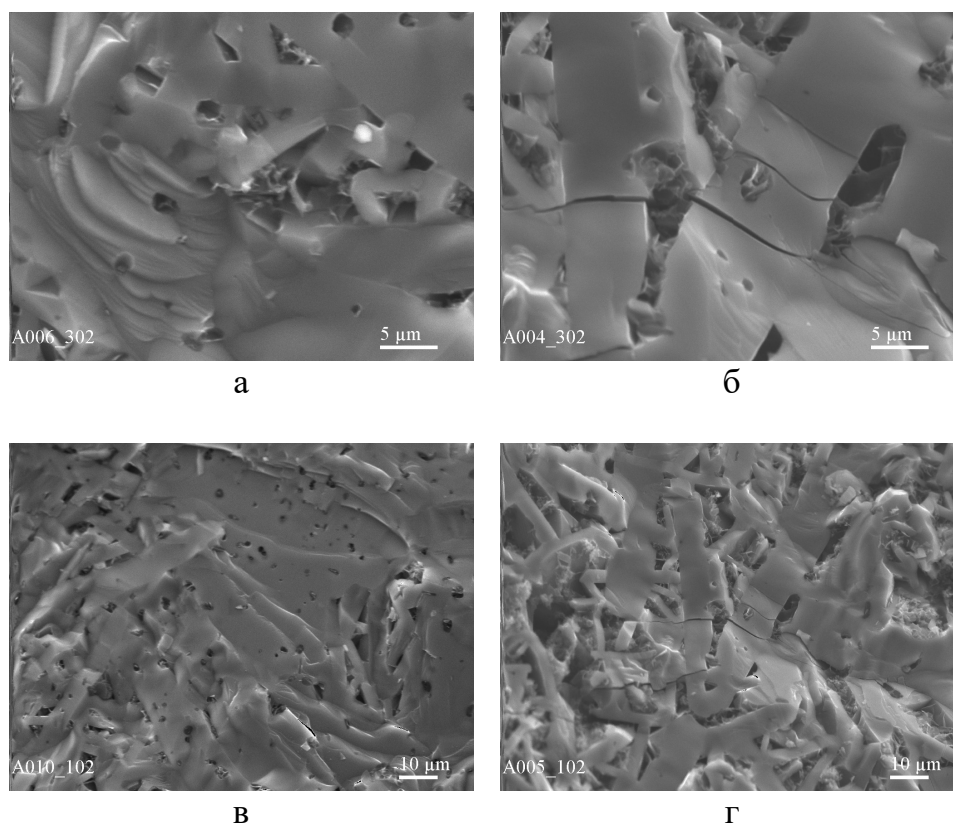
Рисунок 5.2 – Температурная зависимость твердости карбидокремниевой керамики с различной пористостью



1 – $20\text{ }^\circ\text{C}$; 2 – $400\text{ }^\circ\text{C}$; 3 – $600\text{ }^\circ\text{C}$; 4 – $800\text{ }^\circ\text{C}$; 5 – $900\text{ }^\circ\text{C}$.

Рисунок 5.3 – Зависимость твердости от пористости при различных температурах

При комнатной температуре определялся коэффициент интенсивности напряжений K_{Ic} , который для компактной и пористой керамики ($\theta = 5; 16$ и 20%) составил $5,20; 3,26; 2,85$ и $2,81$ МПа·м^{1/2}, соответственно. Увеличение θ приводит к существенному снижению K_{Ic} , т.е. склонность к разрушению исследуемой карбидокремниевой керамики возрастает. Выполненный фрактографический анализ изломов образцов показал, что поры имеют остроугольную форму и являются опасными концентраторами напряжений (рис. 5.4).



а, в – $\theta = 5\%$; б, г – $\theta = 20\%$.

Рисунок 5.4 – Поверхность разрушения карбидокремниевой керамики с различной пористостью (SEM изображение)

5.3 Обсуждение результатов

Полученные результаты по зависимости твердости HV от пористости θ при различных температурах могут быть удовлетворительно описаны соотношением типа уравнения Е. Рышкевича (коэффициент корреляции $r^2 \geq 0,98$), предложенным для зависимости прочности от пористости [138]

$$HV = HV_c \cdot \exp(B\theta), \quad (5.1)$$

где HV_c – твердость компактного материала (рис. 5.3). Уравнение (5.1) может быть получено из простого допущения, что снижение твердости dHV/HV пропорционально пористости θ , т.е. $\frac{dHV}{HV} = -Bd\theta$. После интегрирования этого выражения получаем уравнение (5.1). Видно, что при таком подходе параметр B должен зависеть от механизма разупрочнения при росте θ .

Параметр B был определен по экспериментальным данным зависимости $HV(\theta)$ при разных температурах. По уравнению (5.1) были построены теоретические кривые (рис. 5.3), приведенные вместе с экспериментальными данными, при этом сплошные линии на рисунке соответствуют рассчитанными значениям по уравнению Рышкевича (5.1) с *const* B из табл. 5.1.

Таблица 5.1 – Значение параметра B в уравнении (5.1) при разных температурах

$t, ^\circ\text{C}$	20...200	400	600	800	900
B	6,3	5,3	3,8	4,1	4,8

На кривых температурной зависимости твердости $HV(T)$ (рис. 5.2) четко обнаруживаются два температурных участка с различным характером зависимости твердости от температуры. При повышенных температурах,

выше некоторого критического значения T_f , зависимость твердости от температуры резкая и соответствует теоретическим представлениям о температурной зависимости предела текучести σ_S ковалентных кристаллов с высоким уровнем напряжения Пайерлса-Набарро [41, 47, 127]. В соответствии с этими представлениями при высоких температурах должна наблюдаться экспоненциальная зависимость $\sigma_S(T)$, которая при снижении температуры плавно переходит к линейной зависимости [41, 139, 40]. Эта линейная зависимость должна сохраняться до температур близких к 0 К.

Атермические низкотемпературные участки зависимости $HV(T)$ (подобные тем, которые наблюдаются на рис. 5.2 ниже T_f) впервые были обнаружены в [64] для кремния и германия (см. раздел 1.5.2). Сопоставление температурной зависимости твердости $HV(T)$ и критического напряжения сдвига $\sigma_{кр}$ для Si [65] четко показывает, что на атермическом участке твердость не определяется пределом текучести σ_S .

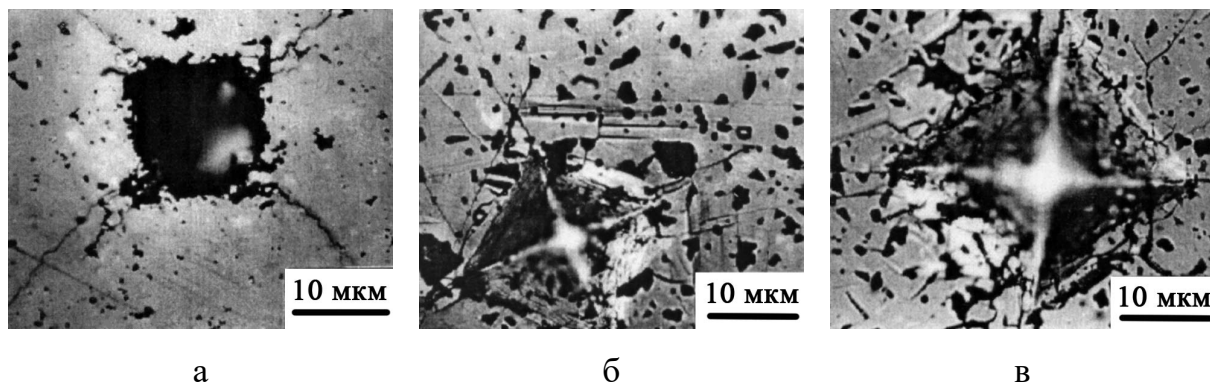
Когда в хрупком кристалле отсутствует фазовое превращение под давлением при напряжениях, равных твердости, в некоторых случаях также наблюдалось снижение твердости при низких температурах (по сравнению с теоретической зависимостью предела текучести от температуры $\sigma_S(T)$) в хрупких кристаллах, которое связывали с процессами разрушения [127, 140]. Однако, полученные в настоящей работе результаты, как нам представляется, впервые четко подтверждают возможность формирования низкотемпературного атермического участка твердости, связанного с процессами разрушения при индентировании (см. участки при температурах $T < T_f$ на рис. 5.2).

Увеличение пористости облегчает процесс формирования отпечатка твердости за счет разрушения и низкотемпературный участок расширяется (температура T_f увеличивается). Значения T_f для керамики разной пористости получены из точек перегиба на рис. 5.2, и составляют: 200; 300; 400 и 600 °С для компактной и пористой керамики ($\theta = 5; 16$ и 20 %), соответственно. На

рис. 5.5 и 5.6 приведены отпечатки твердости как при пониженных температурах ($T < T_f$), так и при повышенных ($T > T_f$). Видно, что образование отпечатка твердости при низких температурах $T < T_f$ связано с процессом разрушения, идущего путем выкола частиц материала.

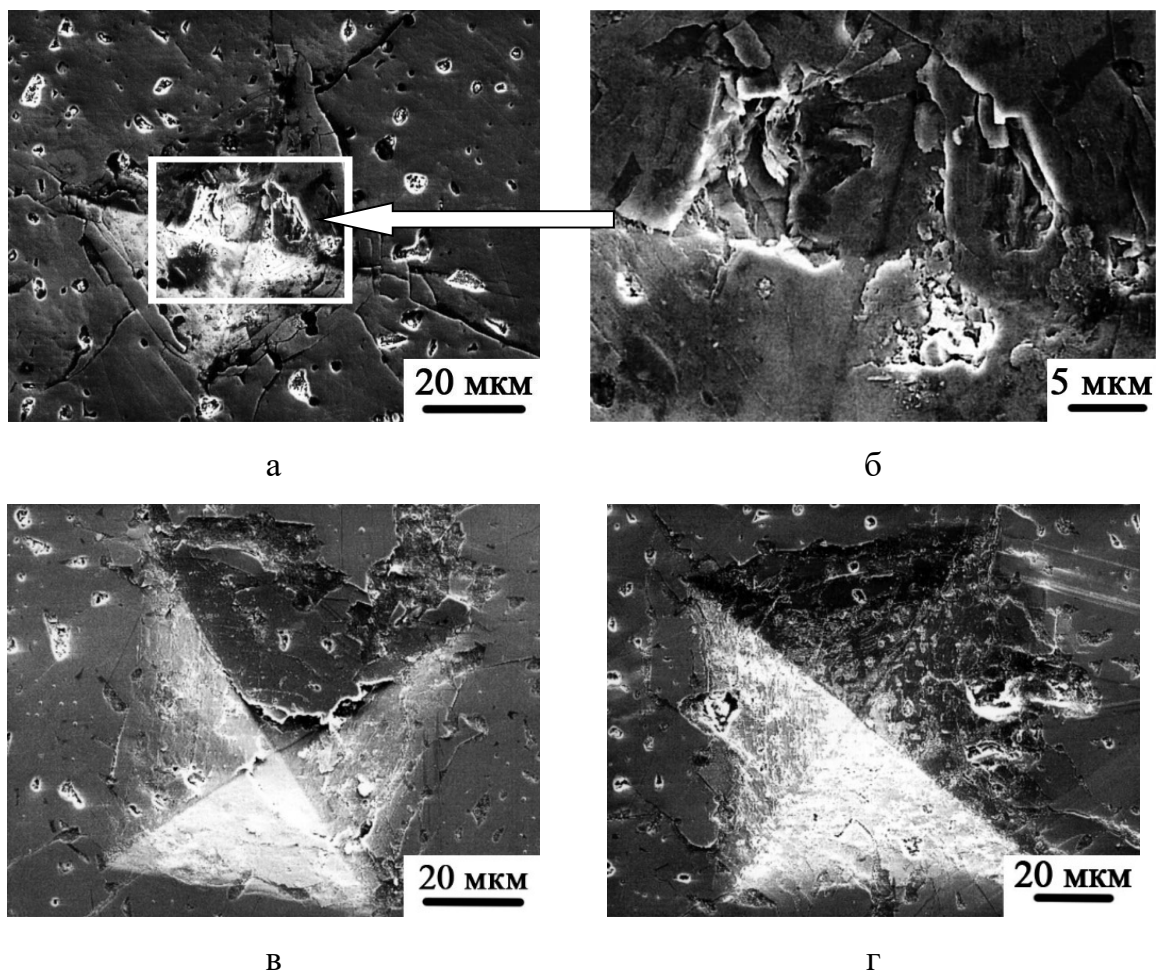
Следует отметить, что при $T < T_f$ диагонали отпечатка проработаны слабо или вообще не видны. Вероятно, это связано с дополнительным разрушением отпечатка в процессе разгрузки индентора.

В то же время при температурах $T > T_f$ диагонали отпечатка твердости проработаны достаточно четко, хотя в пористой керамике трещины внутри отпечатка образуются. Сетка трещин четко видна на гранях отпечатка (рис. 5.5 б, в и 5.6 в, г). Однако, здесь, вероятно, разрушение сопровождается пластической деформацией и не является процессом, определяющим размер отпечатка.



- а – $\theta = 0 \%$; $T = 20 \text{ }^\circ\text{C}$, $T < T_f$;
 б – $\theta = 16 \%$; $T = 400 \text{ }^\circ\text{C}$, $T > T_f$;
 в – $\theta = 16 \%$; $T = 800 \text{ }^\circ\text{C}$, $T > T_f$.

Рисунок 5.5 – Типичные отпечатки твердости, полученные на оптическом микроскопе, на карбидокремниевой керамике с разной пористостью и при разных температурах



в

г

а, б – $T = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$, $T < T_f$,

в – $600\text{ }^{\circ}\text{C}$, $T > T_f$; г – $900\text{ }^{\circ}\text{C}$, $T > T_f$.

Рисунок 5.6 – Типичные отпечатки твердости, полученные методом сканирующей электронной микроскопии, на карбидокремниевой керамике с пористостью $\theta = 5\%$ при разных температурах

Как уже отмечалось ранее, при определении твердости индентор нагружают с постоянной нагрузкой P и среднее контактное давление под индентором $\langle p \rangle = P/F$ (1.8). В начале нагружения величина F очень мала ($F \rightarrow 0$ в момент касания индентора и образца) и возрастает по мере

внедрения индентора в материал. Одновременно среднее контактное давление $\langle p \rangle$ снижается.

При низких температурах $T < T_f$, где отпечаток образуется путем разрушения, индентор останавливается, когда среднее контактное давление $\langle p \rangle$ оказывается равным напряжению разрушения σ_f , т.е. $\langle p \rangle = \sigma_f$. В то же время при $T > T_f$, где образование отпечатка связано с процессом пластической деформации, индентор останавливается, когда среднее контактное давление $\langle p \rangle$ становится равным напряжению течения σ_s (в соответствии с [19]). В этом случае мы не обсуждаем процессы ползучести под индентором. Очевидно, что среднее контактное давление $\langle p \rangle$ в момент остановки индентора в обоих случаях соответствует величине твердости по Мейеру HM (в соответствии с $HM = HV / \sin 68^\circ \approx 1,08HV$).

Поскольку напряжение разрушения σ_f , которое определяет твердость при низких температурах, слабо (как и модуль Юнга E) зависит от температуры [47, 127, 139, 40, 130], то становится понятным наличие низкотемпературных атермических участков твердости $HV(T)$ на рис. 5.2 (когда твердость обусловлена процессом разрушения).

Известно, что рост пористости θ сильнее снижает напряжение разрушения σ_f , чем предел текучести σ_s [18]. Так например, если для порошкового железа описывать зависимости $\sigma_f(\theta)$ и $\sigma_s(\theta)$ выражением Рышкевича (5.1), константа $B_s = 4,1$ (для Fe) и $B_f = 6,3$ (для SiC), тогда $B_f \approx 1,5B_s$. Такое соотношение было теоретически обосновано в [18]. Из полученных в настоящей работе результатов (табл. 5.1) видно, что в температурной области хрупкого разрушения при индентировании керамики (при $T < T_f$) зависимость $HV(\theta)$ более сильная чем, например, при 600...800 °С. Если считать, что константа B при 20...200 °С определяется напряжением разрушения σ_f и обозначить ее как $B_f = 6,3$, а константу B при

600...800 °С обозначить $B_S = 3,8...4,1$, т.к. она определяется пределом текучести σ_S , то и для керамики получаем $B_f \approx 1,5B_S$. Абсолютные значения B_f и B_S для изученной керамики практически совпадают с таковыми для железа. Несколько выпадает из этой зависимости значение B при 900 °С, что, вероятно связано с тем, что не учитывается атермическая компонента твердости, которая при высоких температурах становится существенной.

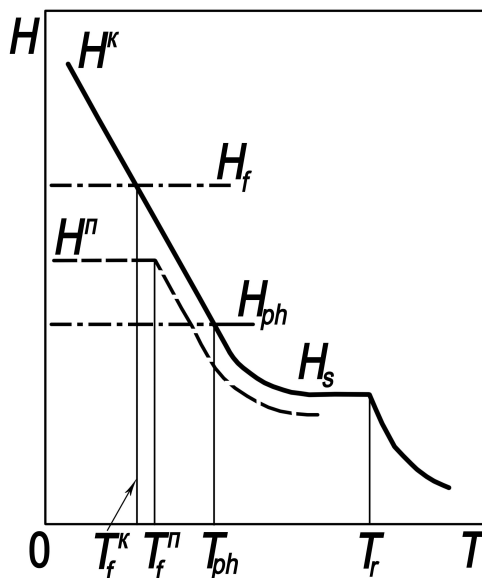
В нашем случае, когда отпечаток твердости формируется в процессе хрупкого разрушения, подсчет характеристики пластичности δ_H является некорректным.

На основании выполненного эксперимента и имеющихся литературных данных [18, 40, 46, 64, 66] нами была предложена обобщенная схема температурной зависимости твердости для высокотвердых керамических материалов с высоким уровнем напряжения Пайерлса-Набарро (рис. 5.7). На рисунке приведена H_S – твердость, обусловленная величиной предела текучести (можно назвать ее твердостью по Тэйбору), которая резко снижается при увеличении температуры.

При температуре рекристаллизации T_r наблюдается новый этап резкого снижения твердости за счет интенсификации диффузионных процессов. Такой характер температурной зависимости твердости типичен для тугоплавких ОЦК металлов, где уровень напряжения Пайерлса-Набарро достаточно высок, чтобы привести к резкой температурной зависимости H_S , но фазовые переходы и хрупкое разрушение при индентировании не наблюдаются.

Твердость H_{ph} соответствует критическому давлению фазового перехода. Этот атермический участок наблюдается только в кристаллах, где имеется фазовое превращение под давлением при напряжениях ниже чем ожидаемая (теоретическая) величина H_S . И, наконец, твердость H_f соответствует напряжению хрупкого разрушения, когда процессы разрушения являются доминирующими при определении твердости. В этой схеме температура T_f пересечения кривых $H_S(T)$ и $H_f(T)$ соответствует

температуре вязко-хрупкого перехода в условиях индентирования, а температура T_{ph} является температурой, ниже которой возможно фазовое превращение при индентировании. При этом на каждом температурном участке реально наблюдается минимальное из трех возможных значений твердости.



H^k и H^n – твердости компактного и пористого материала;

H_s – твердость, соответствующая напряжению течения;

H_{ph} – твердость, определяемая фазовым превращением под индентором;

H_f – твердость, определяемая напряжением разрушения;

T_f^k/T_f^n – температура вязко-хрупкого перехода при индентировании
компактного или пористого материала;

T_{ph} – температура, ниже которой возможно фазовое превращение при
индентировании;

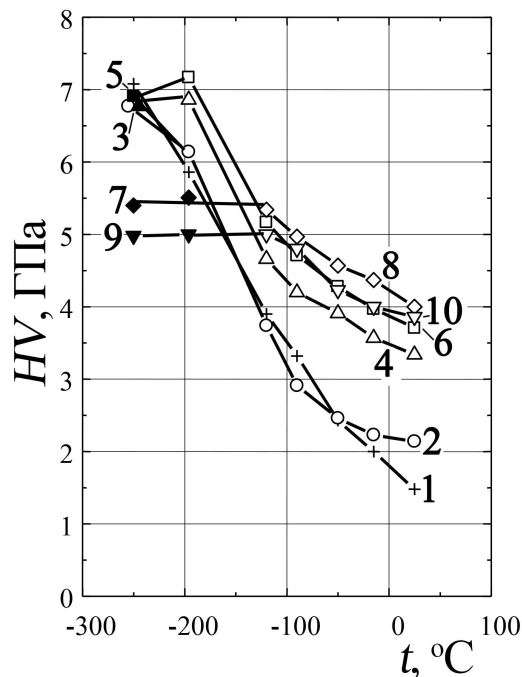
T_r – температура рекристаллизации.

Рисунок 5.7 – Схема температурной зависимости твердости материалов с высоким уровнем напряжений Пайерлса-Набарро

Повышение пористости θ более резко снижает $H_f(T)$, чем $H_S(T)$, поэтому рост пористости приводит к повышению температуры вязко-хрупкого перехода T_f и расширению атермического участка хрупкого разрушения. Необходимо отметить, что температура вязко-хрупкого перехода T_f в условиях индентирования оказывается значительно ниже, чем при механических испытаниях на изгиб или растяжение.

Для тугоплавких материалов с ОЦК решеткой фазовый переход не наблюдается при высоком гидростатическом давлении, не наблюдается и разрушение при индентировании. Однако, на температурных зависимостях твердости для некоторых сплавов тугоплавких ОЦК металлов существует атермическая область на кривой $HV(T)$ при низких температурах, при которых наблюдается двойникование при индентировании (рис. 5.8). Двойникование при комнатной температуре при индентировании наблюдалось в Cr-Mn, Mo-Re и W-Re сплавах, если значение нагрузки на индентор было $P > P_{кр}$ [40, 76]. Здесь $P_{кр}$ коррелирует с энергией дефектов упаковки γ_e и уменьшается с уменьшением γ . Если нагрузка $P < P_{кр}$, двойникование при индентировании наблюдается только при низких температурах $T < T_{tw}$, где T_{tw} – температура двойникования (смены механизма деформации от скольжения к двойникованию). В [76] температурная зависимость микротвердости для сплавов Cr-Mn была измерена с нагрузкой на индентор $P = 2$ Н в температурном интервале от комнатной температуры до температуры жидкого водорода, и двойникование наблюдалось при температуре -196 °С и ниже (рис. 5.8).

Температура T_{tw} зависит от нагрузки на индентор P и увеличивается с увеличением P . В обобщенной схеме температурной зависимости твердости (рис. 5.7) для ОЦК металлов температура T_f может быть заменена температурой T_{tw} , и твердость в атермической области H_{tw} тогда соответствует пределу текучести при пластической деформации двойникованием.



1 – Cr; 2 – Cr-6,2 ат.%Mn; 3,4 – Cr-14,6 ат.%Mn;

5,6 – Cr-28,5 ат.%Mn; 7,8 – Cr-41,8 ат.%Mn; 9,10 – Cr-46 ат.%Mn.

Рисунок 5.8 – Температурная зависимость микротвердости для Cr-Mn сплавов [76]. Сплошные символы соответствует двойникованию вблизи отпечатка твердости

5.4 Выводы к разделу 5

Полученные результаты дают основание считать, что в хрупкой пористой керамике на основе SiC твердость соответствует величине предела текучести только выше некоторой температуры T_f , тогда как ниже этой температуры твердость соответствует напряжению хрупкого разрушения σ_f . При этом выше температуры T_f наблюдается резкая температурная зависимость твердости, которая характерна для напряжения течения, тогда как ниже T_f твердость очень слабо зависит от температуры, что характерно

для напряжения разрушения. Температуру T_f можно рассматривать как температуру вязко-хрупкого перехода при измерении твердости, при этом значение T_f растет (200; 300; 400 и 600 °С) с увеличением пористости ($\theta = 0$; 5; 16; 20 %) керамики.

Величина твердости снижается с ростом пористости в обоих температурных интервалах. Но зависимость твердости от пористости более сильная в низкотемпературной области ниже T_f .

Определение физической природы твердости для других керамических материалов может быть выполнено путем изучения ее температурной зависимости. Предложена схема температурной зависимости твердости высокотвердых материалов с высоким уровнем напряжения Пайерлса-Набарро, в которой на различных температурных участках твердость может определяться тремя процессами:

- пластической деформацией и определяется при этом пределом текучести, соответствующим деформации под индентором;
- фазовым переходом под давлением и определяется критическим давлением фазового превращения (обычно типа полупроводник → металл);
- процессами хрупкого разрушения и определяется при этом напряжением хрупкого разрушения.

На каждом температурном участке реально действует тот механизм формирования отпечатка твердости, который осуществляется при наименьшем давлении под индентором, т.е. соответствует наименьшей твердости.

Эта схема может быть расширена на сплавы тугоплавких ОЦК металлов, для которых при низких температурах наблюдается атермическая область деформации из-за двойникования при индентировании. В этом случае твердость в атермической области соответствует пределу текучести при пластической деформации двойникованием.

6 ОСОБЕННОСТИ ЛОКАЛЬНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ ПРИ УДАРНОМ НАГРУЖЕНИИ КИНЕТИЧЕСКИМ УДАРНИКОМ

6.1 Введение

В настоящий момент в работах, посвященных проблеме ударного нагружения, рассматриваются вопросы механики проникания, механики ударного нагружения и разрушения. Также существует целый ряд научных работ, в которых исследуются структурные изменения при проникании кинетического ударника в преграду [141-146], однако во всех работах мало внимания уделяется рассмотрению физических проблем дислокационного механизма деформации и физическим условиям пластической деформации во время ударного нагружения. В то же время хорошо известно, что дислокационный механизм деформации при ударном нагружении и проникании имеет существенные специфические особенности, связанные с большой скоростью нагружения и с состоянием полей напряжений [144-146].

В нашей работе [147] были выполнены исследования по изучению эволюции зеренной структуры, дислокационной субструктуры вблизи канала проникания и деформационного упрочнения при динамическом нагружении и проникании кинетического ударника в металлическую преграду. Метод индентирования использовался для определения механических свойств (твердость и характеристика пластичности) в различных точках преграды на разном расстоянии от канала проникания.

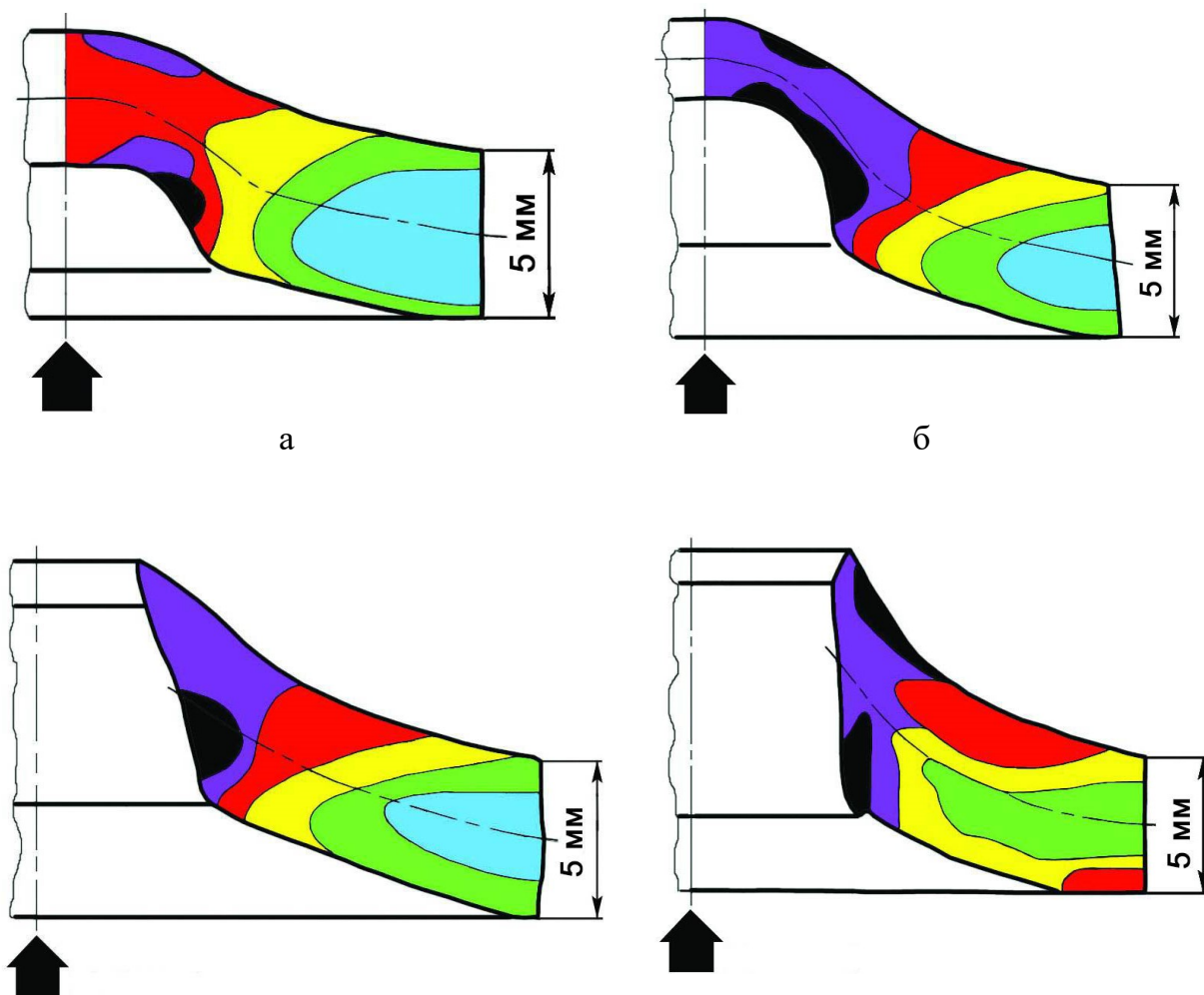
6.2 Экспериментальные результаты




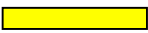


В качестве кинетического ударника использовался стальной ударник цилиндрической формы с полусферической носовой частью диаметром 9 мм

и массой 5,9 г ($HRC \approx 30$). Скорость кинетического ударника фиксировалась при приближении к преграде и изменялась в диапазоне 147...415 м/с. Была определена критическая скорость $v_{cr} = 387$ м/с проникания кинетического ударника в преграду, как скорость при которой кинетический ударник пробивает преграду и застревает в ней.

Продеформированные кинетическим ударником преграды (толщиной 5 мм) разрезались вдоль движения ударника, в сечении измерялась микротвердость по Виккерсу при нагрузке 1 Н с шагом $\approx 0,1$ мм. Типичные карты распределения микротвердости HV приведены на рис. 6.1. Моделирование процесса пластической деформации осуществлялось статическим сжатием образцов размером 5x5x5 мм, изготовленных из того же сплава АМг5, для которого в исходном состоянии были определены механические свойства: предел текучести $\sigma_{0,2} = 200$ МПа, напряжение разрушения $\sigma_b = 350$ МПа, пластичность $\delta = 15$ %, твердость $HV = 0,80$ ГПа, характеристика пластичности $\delta_H = 0,93$.

На рис. 6.2 представлена кривая деформации в координатах предел текучести Y – пластическая деформация ε_p и зависимость $HV(\varepsilon_p)$, полученная при измерении HV на сжатых образцах до определенного процента пластической деформации ε_p . Значение характеристики пластичности δ_H материала преграды рассчитывалось локально для каждой точки, в которой была определена микротвердость HV . Из градуировочной кривой $HV(\varepsilon_p)$ (рис. 6.2) было рассчитано значение ε_p для карт распределения (рис. 6.1), т.е. карты распределения микротвердости HV (рис. 6.1) являются также картами распределения пластической деформации ε_p и характеристики пластичности δ_H . На рис. 6.3 представлено распределение микротвердости вдоль средней линии преград (схематически средняя линия обозначена пунктиром на рис. 6.1).



Область	HV , ГПа	ε_p , %	δ_H
	1,3...1,4	> 70	0,886...0,877
	1,2...1,3	50...70	0,895...0,886
	1,1...1,2	26...50	0,904...0,895
	1,0...1,1	15...26	0,913...0,904
	0,9...1,0	7,5...15	0,922...0,913
	0,8...0,9	0...7,5	0,931...0,922

а – $v = 261$ м/с; б – $v = 384$ м/с; в – $v = 387$ м/с; г – $v = 415$ м/с.

Стрелкой указано направление движения кинетического ударника.

Рисунок 6.1 – Карта распределения микротвердости HV , пластической деформации ε_p и характеристики пластичности δ_H в преградах после динамического воздействия кинетического ударника с разными скоростями

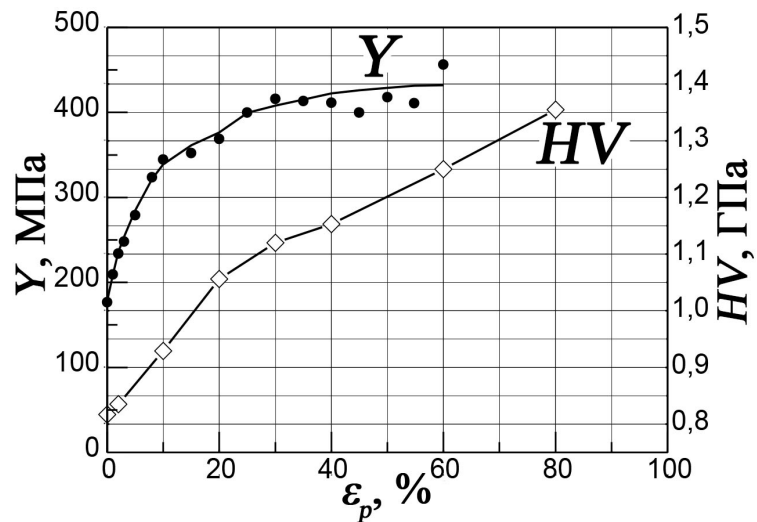


Рисунок 6.2 – Зависимость микротвердости HV и предела текучести Y , определенном при стандартных испытаниях на сжатие сплава АМг5, от степени деформации ε_p

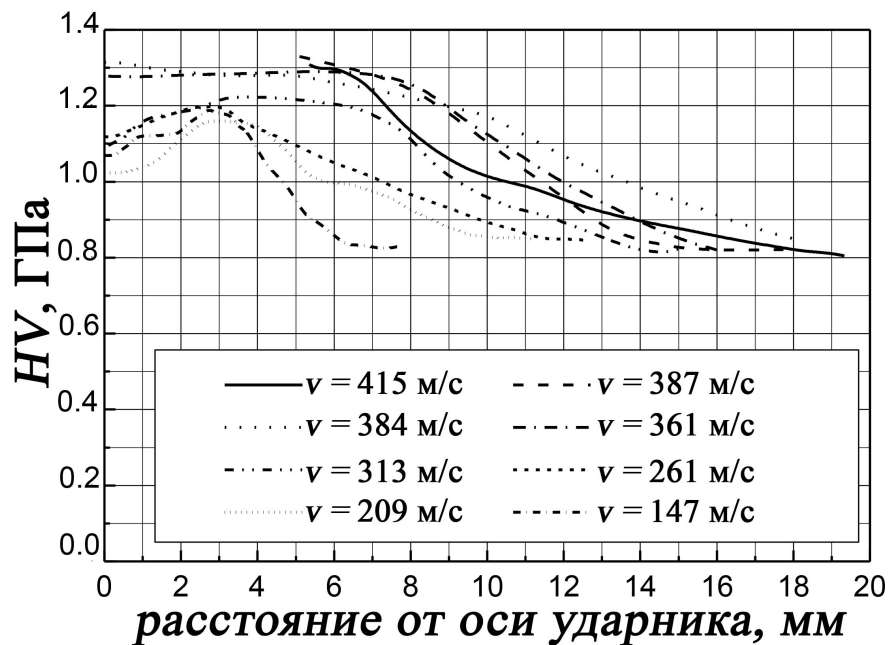
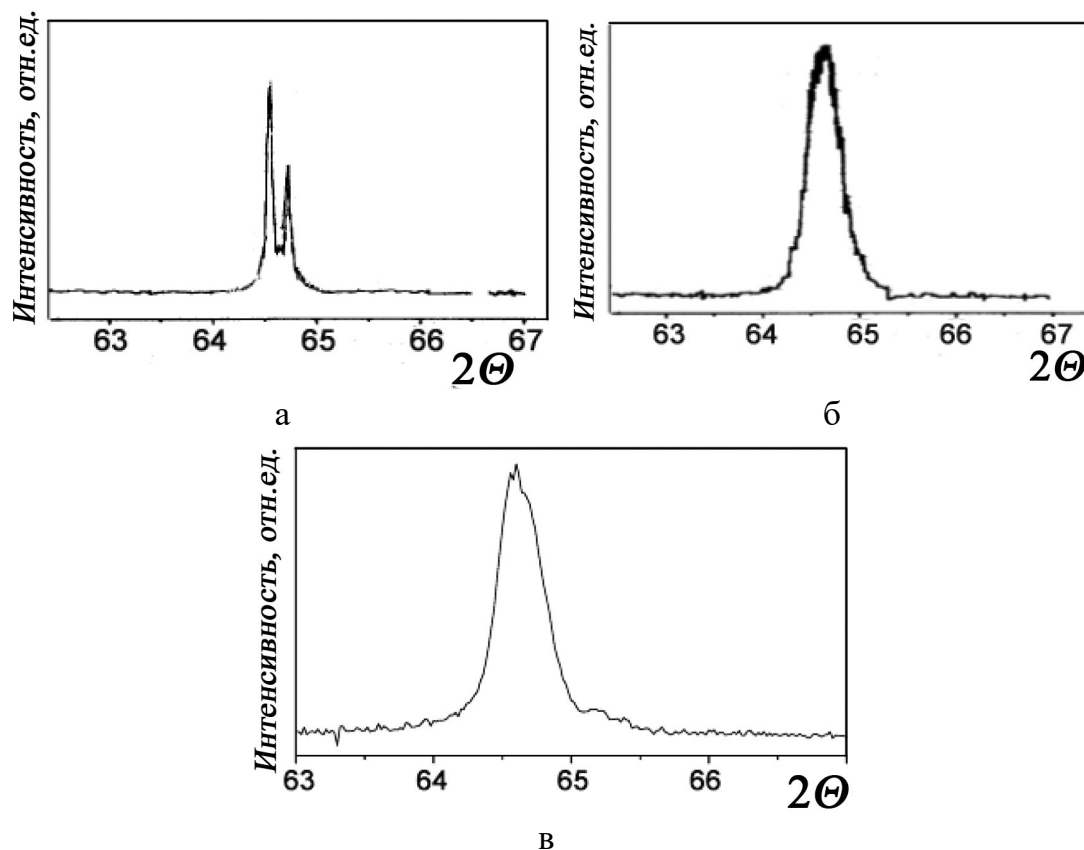


Рисунок 6.3 – Микротвердость HV измеренная вдоль средней линии преград, деформированных с разными скоростями v кинетического ударника

Рентгеновские исследования структуры поверхности каналов проникания и сжатых образцов показало наличие в них только Al α -фазы. На рис. 6.4 приведено изменение формы дифракционной линии с поверхности канала проникания и на рис. 6.5 – зависимость физического уширения рентгеновских линий β от $\text{tg } \Theta$.



а – образец в исходном состоянии; б – после статического сжатия ($\varepsilon_p = 40\%$);
в – в канале проникания ($v = 384$ м/с).

Рисунок 6.4 – Дифракционная линия (220) до и после испытаний

Для алюминиевого сплава значение физического уширения дифракционной линии β пропорционально $\text{tg } \Theta$, что обусловило возможность расчета остаточных микронапряжений II рода (σ_{II}), которые оценивались по формуле [148] и приведены в табл. 6.1.

$$\sigma_{II} = E \frac{\Delta a}{a} = E \frac{\beta}{\text{tg } \Theta}, \quad (6.1)$$

где E – модуль Юнга, a – параметр кристаллической решетки, Θ – угол отражения.

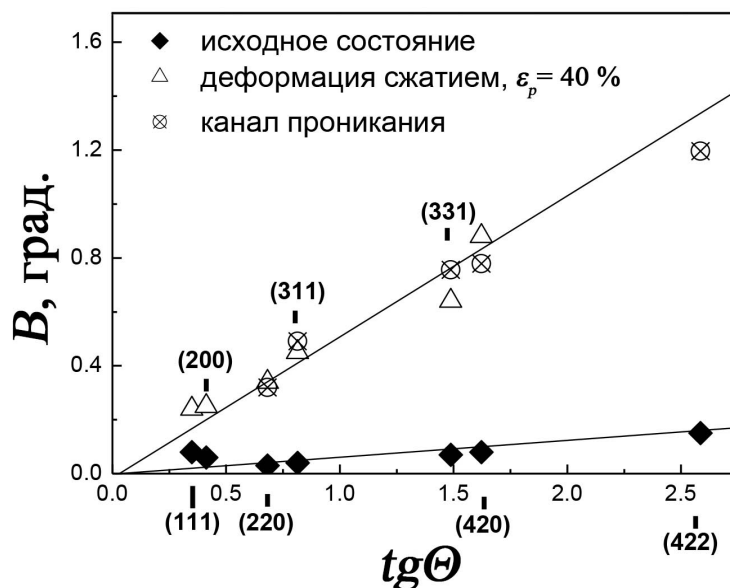


Рисунок 6.5 – Зависимость истинного физического уширения β рентгеновских линий от $tg\Theta$

Таблица 6.1 – Сравнительная оценка значений микронапряжений в преградах

Микронапряжения σ_{II} , МПа			Предел текучести в недеформированных преградах $\sigma_{0,2}$, МПа	$\frac{\sigma_{II}}{\sigma_{0,2}}$, % в канале проникания
в исходном состоянии	в канале проникания	статическое сжатие на 40 %		
14	154	154	200	77

Методом индентирования были получены кривые деформации для исходного металла образца и деформированного на расстоянии 0,5...1 мм от поверхности канала проникания (рис. 6.6). Локальное определение предела текучести методом индентирования в точках близких к каналу проникания показало, что увеличение предела текучести при динамическом нагружении алюминиевого сплавов приблизительно соответствует внутренним

напряжениям, значение которых было определено рентгеновским методом (см. табл. 6.1).

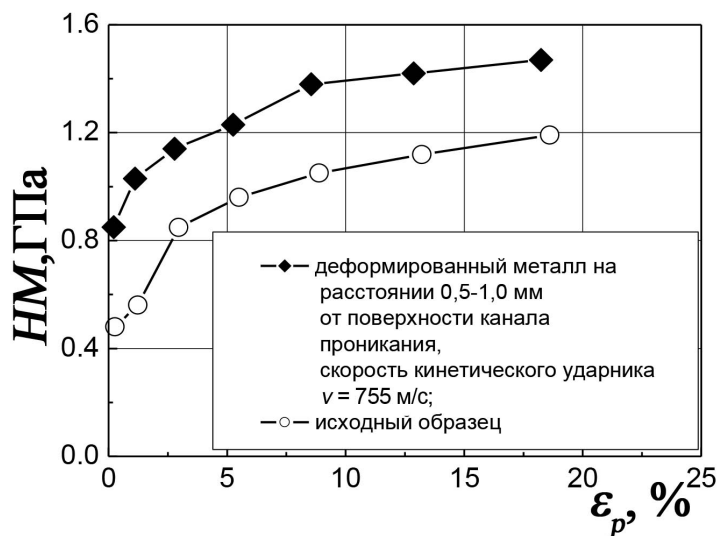
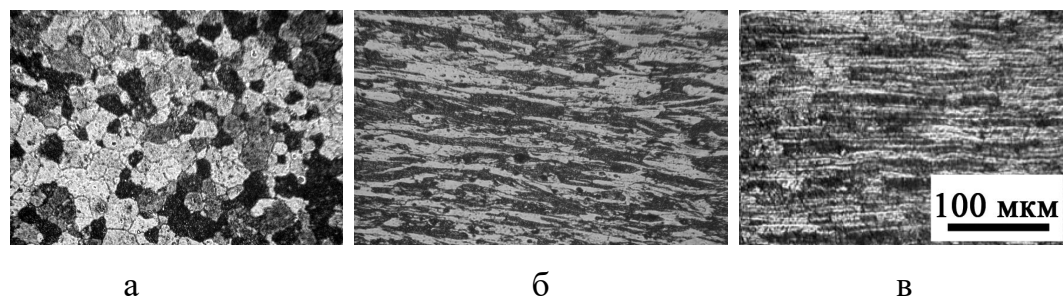


Рисунок 6.6 – Кривые деформации для исходного образца и в канале проникания, полученные методом индентирования

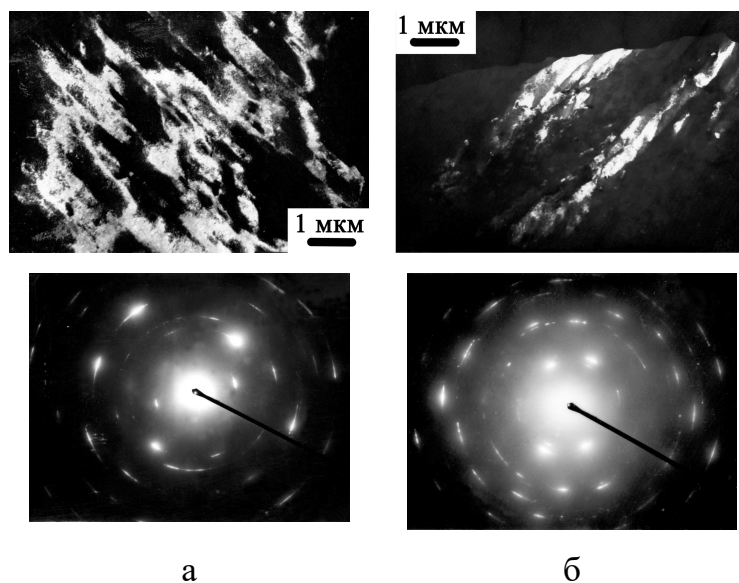
На рис. 6.7 представлены данные оптической микроскопии структуры образцов сплава АМг5 в исходном состоянии, при деформации сжатием $\epsilon_p = 40$ %, а также на расстоянии 100 мкм от поверхности канала проникания. Видно, что полосчатая структура, которая формируется в канале проникания, соответствует структуре, полученной при деформации образцов сжатием на 40 %.

Исследование дислокационной структуры (рис. 6.8) преград методом просвечивающей электронной микроскопии также показало, что около канала проникания формируется дислокационная ячеистая структура субмикронного размера со значительной разориентировкой.



а – исходное состояние; б – деформация сжатием $\varepsilon_p = 40\%$;
в – ударное нагружение (скорость ударника $v = 387$ м/с) – 100 мкм от
поверхности канала проникания.

Рисунок 6.7 – Оптическая микроскопия структуры преграды в исходном состоянии и после деформаций



а – деформация сжатием $\varepsilon_p = 40\%$, темнопольное изображение
в рефлексе (200) и электронная микродифракция;
б – 100 мкм от поверхности канала проникания, скорость ударника
 $v = 493$ м/с, темнопольное изображение в рефлексе (111) и электронная
микродифракция.

Рисунок 6.8 – Дислокационная структура деформированного сжатием сплава АМг5 и участка преграды после ударного нагружения вблизи канала проникания

6.3 Обсуждение результатов

6.3.1 Карты распределения микротвердости HV , пластической деформации ε_p и характеристики пластичности δ_H в преградах после ударного нагружения

По картам рис. 6.1 легко оценивается распределение в самом канале проникания и вблизи него пластической деформации при ударном нагружении без пробивания (а, б) и при пробивании преграды (в, г) кинетическим ударником и видно, что пластическая деформация в канале проникания превышает 40 %, а в некоторых зонах канала может достигать 70 % статической пластической деформации. Как видно (рис. 6.3), максимальный радиус деформированной зоны R не превышает четырех радиусов ударника. Твердость в деформированной зоне преграды увеличивается с ростом скорости ударника и достигает значения $HV = 1,3$ ГПа. Это максимальное значение остается практически постоянным даже в том случае, когда скорость ударника $v > v_{cr}$.

6.3.2 Зеренная структура и дислокационная субструктура после проникания кинетического ударника

Было показано, что изменения в зеренной и дислокационной структуре после воздействия и проникания кинетического ударника в преграды условно соответствуют 40 % статической деформации сжатием. Фактически около канала проникания наблюдаются вытянутые зерна и максимум неравноосности зерен и субзерен, что соответствует деформации $\varepsilon_p \approx 40$ % (см. рис. 6.7, 6.8).

В алюминиевых сплавах статическая деформация сжатием приводит к увеличению плотности дислокаций и формированию дислокационных ячеек (рис. 6.8), при этом размер дислокационной ячейки уменьшается с увеличением степени деформации. В деформированной зоне вокруг канала проникания также сформирована ячеистая структура, при этом размер дислокационной ячейки уменьшается по мере приближением к поверхности канала проникания. Электронограммы, полученные в области близкой к каналу проникания, соответствуют электронограммам дислокационных ячеек с существенной разориентировкой и подобны электронограммам от образцов деформированных сжатием со степенью деформации 40 % и более (рис. 6.8).

Рентгеновское исследование показало, что уширение дифракционных линий при статической деформации и в канале проникания – приблизительно одинаково (рис. 6.5). Остаточные внутренние напряжение второго рода σ_{II} , определенные по уширению рентгеновских линий, составляет 77 % от предела текучести $\sigma_{0.2}$, т.е. упрочнение при деформации сопоставимо с пределом текучести (табл. 6.1).

6.3.3 Энергия, израсходованная на пластическую деформацию преграды при проникании w_i

По карте рис. 6.1 была оценена энергия, израсходованная на пластическую деформацию преграды при проникании индентора, для каждой i -области как

$$w_i = 2\pi R_i S_i U_i, \quad (6.2)$$

где S_i – площадь i -области с постоянной твердостью H_i ; R_i – расстояние от оси канала проникания до центра тяжести i -области; U_i – энергия, израсходованная на пластическую деформацию единицы объема в i -области.

Было принято, что U_i можно оценивать уравнением

$$U_i = \int_0^{\varepsilon_{pi}} \sigma_i d\varepsilon_p = \frac{\bar{H}_i \cdot \bar{\varepsilon}_{pi}}{3}, \quad (6.3)$$

где \bar{H}_i и $\bar{\varepsilon}_{pi}$ – средние величины твердости и пластической деформации для i -области, с учетом соотношения Тэйбора $H_i \approx 3\sigma_i$ [20].

Общая энергия, израсходованная на пластическую деформацию преграды, составляет

$$w_p = \sum_i w_i. \quad (6.4)$$

Эти уравнения можно использовать для оценки энергии, израсходованной на пластическую деформацию непробитых преград, после воздействия кинетического ударника.

Для некоторых преград была подсчитана общая энергия, израсходованная на пластическую деформацию преграды при проникании индентора (w_p), кинетическая энергия ударника ($w_k = mv^2/2$) и критическая кинетическая энергия ударника (при $v = v_{cr}$) $w_{k cr} = mv_{cr}^2/2$ (табл. 6.2).

Таблица 6.2 – Значение критической скорости ударника (v_{cr}); общая энергия, израсходованная на пластическую деформацию преграды при проникании индентора (w_p); кинетическая энергия ударника (w_k); критическая кинетическая энергия ударника при $v = v_{cr}$ ($w_{k cr}$)

v , м/с	v_{cr} , м/с	w_k , Дж	$w_{k cr}$, Дж	w_p , Дж	w_p/w_k , %	$w_p/w_{k cr}$, %
387	387	422	442	415	94	94
415		508		461	91	104

Видно, что величина энергии, израсходованной на пластическую деформацию преград при проникании ударника (w_p) может достигать 94 % от

кинетической энергии ударника (w_k). Если скорость ударника $v > v_{cr}$, то значение w_p несколько выше.

6.4 Выводы к разделу 6

Показана возможность локального изучения механических свойств и деформационного упрочнения вблизи канала пробивания преграды из алюминиевого сплава для понимания механизмов деформации при ударном нагружении кинетическим ударником.

Получены карты распределения микротвердости HV , пластической деформации ε_p и характеристики пластичности δ_H вблизи канала проникания в преграде из алюминиевого сплава АМг5 после динамического нагружения кинетическим ударником.

Показано, что формирование неравноосной зеренной структуры и дислокационных ячеек, а также ширина рентгеновских дифракционных линий соответствуют $\sim 40\%$ пластической деформации при статическом сжатии исследованного алюминиевого сплава АМг5.

Рентгеновское исследование показало, что внутренние напряжения, которые возникают при проникании ударника в преграду, являются микронапряжениями второго рода (σ_{II}). Для изученного алюминиевого сплава микронапряжения второго рода (σ_{II}) высоки и составляют 77% от предела текучести.

Энергия (w_p), израсходованная на пластическую деформацию при динамическом нагружении, была оценена по картам распределения твердости и остаточной пластической деформации. Показано, что при скорости $v \approx v_{cr}$ эта энергия достигает приблизительно 90% кинетической энергии ударника w_k .

ОБЩИЕ ВЫВОДЫ

В результате проведенной работы значительное развитие получили физические представления о процессах деформации при индентировании, а также разработаны новые методики определения механических свойств материалов методом индентирования.

1 Разработана методика определения характеристики пластичности δ_H , учитывающая несжимаемость материала под индентором при определении только пластической части деформации. Это позволяет определять δ_H высокотвердых материалов с высоким уровнем упругой деформации под индентором. Пластичность δ_H была определена для кристаллических материалов с различным типом межатомной связи и различной кристаллической структурой, а также аморфных металлических сплавов и квазикристаллических материалов и показано, что по убыванию пластичности материалы можно расположить в порядке: металлы (0,99...0,92) – интерметаллиды (0,87...0,76) – аморфные металлические сплавы (0,60...0,58) – квазикристаллы (0,71...0,48) – тугоплавкие соединения (0,81...0,29) – ковалентные кристаллы (0,44...0,36).

2 Введено понятие о пластичности при дислокационном механизме деформации в условиях отсутствия термических колебаний атомов при 0 К – $\delta_H(0)$, то есть в условиях, при которых определяется напряжение Пайерлса-Набарро $\sigma_{ПН}$. Выведены формулы для аналитического расчета $\delta_H(0)$ и рассчитаны значения $\delta_H(0)$ для ряда материалов с различной кристаллической структурой. Установлена корреляция $\delta_H(0)$ с параметрами, характеризующими механическое поведение материалов: модулем Юнга E , энергией активации движения дислокаций U , активационным объемом V и температурой плавления T_m . Показано, что $\delta_H(0)$ может рассматриваться как фундаментальная характеристика материала при дислокационном механизме деформации. При разработке материалов с оптимальным уровнем свойств

необходимо учитывать $\delta_H(0)$ наряду с $\sigma_{ПН}$, а также значение δ_H при рабочей температуре наряду со значением прочности или твердости.

3 Разработана методика построения методом индентирования пирамидальными инденторами кривых деформации материалов, которая позволяет определять их деформационное упрочнение. Корректность полученных кривых подтверждена сравнением с кривыми деформации, полученными стандартными методами испытаний на сталях 45, У8 и титановом сплаве ВТ6. Показано, что во всем диапазоне деформаций удовлетворительная корреляция результатов стандартных механических испытаний наблюдается с результатами, полученными методом индентирования, которые рассчитаны по соотношению Тэйбора $\sigma = HM/3$.

4 На примере интенсивно двойникующихся при индентировании сплавов системы Cr-Mn, которые при стандартных механических испытаниях разрушаются хрупко, методом индентирования был изучен механизм пластической деформации и впервые построены кривые деформации методом индентирования. Показано, что на первой стадии деформации при $\varepsilon_i < 10\%$ – деформация имеет дислокационный характер (показатель деформационного упрочнения $n \approx 0,5$). В то же время деформационное упрочнение увеличивается (высокое значение коэффициента деформационного упрочнения $N \approx 1,5$ ГПа) за счет уменьшения в процессе деформации эффективного размера зерна при двойниковании и затруднения деформации скольжением (в связи с низким значением энергии дефекта упаковки), и как следствие, затруднение поперечного скольжения винтовых дислокаций. При $\varepsilon_i > 10\%$ – деформационное упрочнение снижается за счет уменьшения интенсивность двойникования. Показано, что двойникования усиливается при увеличении нагрузки на индентор, что приводит к обратному масштабному эффекту при индентирования пирамидальными инденторами.

5 На примере карбидокремниевой керамики изучено влияние пористости на температурную зависимость твердости. Показано, что твердость определяется напряжением течения и резко зависит от температуры выше некоторой температуры хладноломкости при индентировании T_f . Ниже T_f наблюдается атермический интервал твердости, на котором при образовании отпечатка твердости значительную роль играют процессы разрушения. Температура T_f возрастает с увеличением пористости керамики ($\theta = 0; 5; 16$ и 20%) и составляет – 200; 300; 400 и 600 °С соответственно, то есть увеличение пористости облегчает процесс формирования отпечатка твердости за счет разрушения.

Предложена схема температурной зависимости твердости высокотвердых материалов с высоким уровнем напряжения Пайерлса-Набарро, в которой на различных температурных участках твердость может определяться различными процессами: пластической деформацией, фазовым переходом под давлением, процессами хрупкого разрушения и двойникованием. На каждом температурном участке реально действует тот механизм формирования отпечатка твердости, который осуществляется при наименьшем давлении на индентор, т.е. соответствует наименьшей твердости.

6 Показана возможность применения метода индентирования для изучения локальных механических свойств и деформационного упрочнения вблизи канала пробивания мишени для понимания механизмов деформации при ударном нагружении кинетическим ударником. Процесс пробивания кинетическим ударником мишени рассмотрен как случай глубокого индентирования и на примере алюминиевого сплава АМг5 впервые изучена зеренная и дислокационная структура на границе канала пробивания, рассчитана пластическая деформация ε_p , твердость HV и характеристика пластичности δ_H вблизи канала пробивания. Показано, что формирование неравноосной зеренной структуры и дислокационных ячеек, а также

увеличение ширины рентгеновских дифракционных линий соответствует более 40 % деформации при статическом сжатии сплава АМг5. Рентгеновское исследование показало, что внутренние напряжения, возникающие при проникании ударника в мишень являются микронапряжениями второго рода и составляют ~ 77 % от предела текучести. Показано, что при скорости ударника $v \approx v_{cr}$ (v_{cr} – критическая скорость пробивания) энергия, потраченная на пластическую деформацию, достигает ~ 90 % кинетической энергии ударника.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Методы определения твердости / Ю. Н. Подрезов, Д. Г. Вербило, Н. П. Бродниковский [и др.] // Неорганическое материаловедение: Энциклопедическое издание. В 2 т. НАН Украины, ин-т проблем материаловедения; Под ред. Г.Г. Гнесина, В.В. Скорохода. – К.: Наукова Думка, 2008. – Т.1: Основы науки о материалах. – С.942-956.
2. Головин, Ю.И. Наноиндентирование и механические свойства твердых тел в субмикрообъемах, тонких приповерхностных слоях и пленках (обзор) / Ю.И. Головин // Физика твердого тела. – 2008. – Т.50, вып.12. – С.2113-2142.
3. Государственная система обеспечения единства измерений. Государственный специальный эталон и государственная поверочная схема для средств измерений твердости по шкалам Бринелля: ГОСТ 8.062-85. – [Взамен ГОСТ 8.062-79; Введ. 01.01.87]. – М.: Изд-во стандартов, 1985. – 3 с.
4. Государственный специальный эталон единиц твердости по шкалам Бринелля: ГЭТ 33-85 [Электронный ресурс]. Контрольно-измерительные приборы и системы" ("КИПиС"), 1996-2017. URL: http://www.kipis.ru/info/?ELEMENT_ID=13618
5. Металлы. Метод измерения твердости по Роквеллу: ГОСТ 9013-59. – [Введ. 01.01.69]. – М.: Изд-во стандартов, 1969. – 6 с.
6. Измерение микротвердости вдавливанием алмазных наконечников: ГОСТ 9450-76. – [Введ. 01.01.77]. – М.: Изд-во стандартов, 1993. – 33 с.
7. Металлы и сплавы. Метод измерения твердости по Виккерсу: ГОСТ 2999-75. – [Взамен ГОСТ 2999-59; Введ. 30.06.1976]. – М.: Изд-во стандартов, 1986. – 29 с.

8. Hardness testing: ISO/TC 164/SC 3 [Электронный ресурс]. Standards catalogue. URL: http://www.iso.org/iso/iso_catalogue/catalogue_tc/catalogue_tc_browse.htm?commid=53558
9. Григорович, В.К. Твердость и микротвердость металлов / В.К. Григорович. – М.: Наука, 1976. – 230 с.
10. Марковец, М.П. Определение механических свойств металлов по твердости / М.П. Марковец. – М: Машиностроение, 1979. – 191 с.
11. Фридман Я.Б. Механические свойства металлов / Я.Б. Фридман. – М.: Машиностроение, 1972. – Ч.2: Механические испытания. Конструкционная прочность. – 1972. – 368 с.
12. Гудков, А.А. Методы измерения твердости металлов и сплавов / А.А. Гудков, Ю.И. Славский. – М.: Металлургия, 1982. – 167 с.
13. Мощенок, В.И. Единый подход к определению поверхностной, проекционной и объемной твердости материалов в макро-, микро- и нанодиапазонах / В.И. Мощенок, Л.А. Тимофеева // Вестник ХНАДУ. – 2011. – Вып.54. – С.7-12.
14. Steel Hardness Conversion Table [Электронный ресурс]. MEsteel.com. URL: http://www.mesteel.com/cgi-bin/w3-mysql/goto.htm?url=http://www.mesteel.com/info/carbon/hardness_table.htm
15. Brinell, J.A. II Congr. int des méthodes d'essai des matériaux de construction / J.A. Brinell. – Paris, 1900. – 176 p.
16. Стоев, И.П. Определение механических свойств металлов и сплавов по твердости / И.П. Стоев, В.И. Мощенок // Вестник ХНАДУ. – 2003. – Вып.2/22, том 601. – С.106-112.
17. Металлы и сплавы. Метод измерения твердости на пределе текучести вдавливанием шара: ГОСТ 22762-77. – [Введен впервые 01.01.1979]. – М.: Из-во стандартов, 1978. – 9 с.

18. Структура и механические свойства спеченных материалов / [М.М. Ристич, В.И. Трефилов, Ю.В. Мильман, И.В. Гріднева, Д.Дужевиц]. – Белград: Сербская академия наук и искусств, 1992. – 261 с.
19. Tabor, D. Indentation Hardness: Fifty Years on. A Personal View / D. Tabor // *Phil. Mag. A.* – 1996. – V.74, No.5. – P. 1207-1212.
20. Tabor, D. The Hardness of Metals / D. Tabor. – Oxford: Clarendon Press, 1951. – 130 p.
21. Marsh, D.M. Plastic Flow in glass / D.M. Marsh // *Proc. Roy. Soc., London, Ser. A.*, – 1964. – V. 279, No.1378. – P. 420-435.
22. Johnson, K.J. Contact mechanics / K.J. Johnson. – Cambridge: Univ. Press, 1985. – 510 p.
23. Tanaka, K. Elastic/plastic indentation hardness and indentation fracture toughness: the inclusion core model / K. Tanaka // *J. Mater. Science.* – 1987. – V.22. – P.1501-1508.
24. Галанов, Б.А. Определение твердости и модуля Юнга при упругопластическом внедрении индентора в материал / Б.А. Галанов, О.Н. Григорьев, Ю.В. Мильман // *Докл. АН СССР.* – 1984. – Т. 274, №4. – С. 815-817.
25. Определение твердости и модуля Юнга по глубине внедрения пирамидального индентора / Б.А. Галанов, О.Н. Григорьев, Ю.В. Мильман [и др.] // *Проблемы прочности.* – 1983. – №11. – С. 93-96.
26. Milman, Yu.V. Plasticity characteristic obtained through hardness measurement (overview No.107) / Yu.V. Milman, B.A. Galanov, S.I. Chugunova // *Acta metall.mater.* – 1993. – V.41, No.9. – P. 2523-2532.
27. Мильман, Ю.В. Зависимость твердости от нагрузки на индентор и твердость при фиксированной диагонали отпечатка / Ю.В. Мильман // *Проблемы прочности.* – 1990. – № 6. – С. 52-56.

28. Chen, F.-K. A study of size effect in micro-forming with micro-hardness tests / F.-K. Chen, J.-W. Tsai // *Journal of Materials Processing Technology*. – 2006. – V.177. – P. 146-149.
29. Yang, F. Effect of the indenter size on the indentation of aluminum / F. Yang, L. Peng, K. Okazaki // *Materials Characterization*. – 2006. – V. 57. – P. 321-325.
30. Xu, Z.-H. Sample size effect on nanoindentation of micro-/nanostructures / Z.-H. Xu, X. Li // *Acta Materialia*. – 2006. – V.54. – P.1699-1703.
31. Chen, S.H. The capillary force in micro- and nano-indentation with different indenter shapes / S.H. Chen, A.K. Soh // *International Journal of Solids and Structures*. – 2008. – V.45. – P.3122-3137.
32. Nabarro, F.R.N. The size effect in microindentation / F. R. N. Nabarro, S. Shrivastava, S. B. Luyckx // *Phil. Magazine*. – 2006. – V. 86, No.25-26. – P.4173-4180.
33. Microindentations on W and Mo oriented single crystals: an STM study / N. Stelmashenko, M. Walls, L. Brown [et al] // *Acta Metall. Mater.* – 1993. – V. 41, No.10. – P. 2855-2865.
34. Brown, L.M. Transition from laminar to rotational motion in plasticity / L.M. Brown // *Phil. Trans. R. Soc. Lond. A*. – 1997. – V.355, No.1731. – P.1979-1990.
35. Nix, W.P. Indentation size effects in crystalline materials: A law for strain gradient plasticity / W. P. Nix, H. Gao // *J. Mechanics and Physics of Solids*. – 1998. – V. 46. – P. 411-425.
36. Milman, Yu.V. Indentation size effect in nanohardness / Yu.V. Milman, A.A. Golubenko, S.N. Dub // *Acta Materialia*. – 2011. – V.59. – P.7480-7487.
37. Manika, I. Size effects in micro- and nanoscale indentation / I. Manika, J. Maniks // *Acta Mater.* – 2006. – V.54. – P.2049-2056.
38. Мильман, Ю.В. Масштабная зависимость твердости и характеристики пластичности, определяемой при индентировании / Ю.В. Мильман,

- С.Н. Дуб, А.А. Голубенко // Деформация и разрушение материалов. – 2008. – № 8. – С.3-10.
39. Мильман, Ю.В. Индентирование материалов как новый метод микромеханических испытаний / Ю.В. Мильман // Порошковая металлургия. – 1999. – №7/8. – С.85-93.
40. Трефилов, В.И. Физические основы прочности тугоплавких металлов / В.И. Трефилов, Ю.В. Мильман, С.А. Фирстов. – К.: Наукова Думка, 1975. – 315 с.
41. Мильман, Ю.В. О физической природе температурной зависимости предела текучести / Ю.В. Мильман, В.И. Трефилов // Порошковая металлургия. – 2010. – №7/8. – С.3-18.
42. Мильман, Ю.В. Роль мезоструктуры в формировании механических свойств тугоплавких металлов / Ю.В. Мильман // Вопросы материаловедения. – 2002. – №1(29). – С.87-103.
43. Мильман, Ю.В. Структурные аспекты теплой и холодной пластической деформации кристаллических материалов / Ю.В. Мильман // МИТОМ. – 1985. – №6. – С. 2-6.
44. Milman, Yu.V. The influence of directed alloying and thermomechanical treatment on structure and mechanical properties of high-purity chromium, molybdenum and tungsten / Yu.V. Milman // J. de Physique IV, Colloque 7. – 1995. – V.5. – P.C7-67–C7-75.
45. Структура, текстура и механические свойства деформированных сплавов молибдена / [В.И. Трефилов, Ю.В. Мильман, Р.К. Иващенко, Ю.А. Перлович, А.П. Рачек, Н.И. Фрезе]. – К.: Наукова Думка, 1983. – 230 с.
46. Трефилов, В.И. Особенности пластической деформации кристаллов с ковалентными связями / В.И. Трефилов, Ю.В. Мильман // ДАН СССР. – 1963. – Т.153, вып. 4. – С.824-837.

47. Trefilov, I.V. Characteristic Temperature of Deformation of Crystalline Materials / I.V. Trefilov, Yu.V. Milman, I.V. Gridneva // *Crystal Res. Technol.* – 1984. – V.19, No 3. – P. 413-421.
48. Дислокационная структура пластически деформированного кремния / И.В. Гриднева, Ю.В. Мильман, Ю.Н. Петров [и др.] // *УФЖ.* – 1969. – Т. XIV. - С.1002-1008.
49. Вергазов, А.Н. Исследование фрагментированной структуры, образующейся в молибдене при активной пластической деформации / А.Н. Вергазов, В.А. Лихачев, В.В. Рыбин // *МиТОМ.* – 1976. – Т. 42. – С. 1241-1246.
50. Вергазов, А.Н. Структурные особенности образования микротрещин в молибдене / А.Н. Вергазов, В.В. Рыбин // *ФММ.* – 1978. – Т. 46. – С. 371-383.
51. Oliver, W.C. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology / W.C. Oliver, G.M. Pharr // *J. Mater. Res.* – 2004. – V. 19, No. 1. – P. 3-20.
52. Булычов, С.И. Определение модуля Юнга по твердости / С.И. Булычов, А.В. Калмакова, А.Н. Кравченков // *Заводская лаборатория. Диагностика материалов.* – 2009. – Т. 75, №9. – С.63-66.
53. Булычов, С.И. Определение модуля Юнга по диаграмме вдавливания индентора / С.И. Булычов, В.П. Алехин, М.Х. Шоршоров [и др.] // *Заводская лаборатория.* – 1975. – Т.41, №9. – С.1137-1141.
54. Evans, A.G. Fracture toughness determination by indentation / A.G. Evans, E.A. Charles // *J. Amer. Ceram. Soc.* – 1976. – V. 59, No.7. – P.371-372.
55. Wilshaw, T.R. The Hertzian fracture test / T.R. Wilshaw // *J. Appl. Phys.* – 1971. – V.4. – P.1567-1581.
56. Борисенко, В.А. Твердость и прочность тугоплавких материалов при высоких температурах / В.А. Борисенко. – К.: Наукова Думка, 1984. – 210 с.

57. Juhász, A. Superplastic indentation creep of lead – tin eutectic / A. Juhász, P. Tasnádi, I. Kovács // *J. Mater. Science Let.* – 1986. – V.5, iss. 1. – P.35-36.
58. Johnson, K.L. The Effect of the Indenter Elasticity on the Hertzian Fracture of Brittle Materials / K.L. Johnson, J.J. O'Conner, A.C. Woodward // *Proc. Royal Soc. London.* – 1973. – V. A334. – P. 95-117.
59. Фирстов, С.А. Новая методика обработки и анализа результатов автоматического индентирования материалов / С.А. Фирстов, В.Ф. Горбань, Э.П. Печковский. – К.: Логос, 2009. – 83 с.
60. Gilman, J.J. Dislocations in Lithium Fluoride Crystals / J.J. Gilman, W.G. Johnston // *Solid State Physics.* – 1962. – V.13. – P.147-222.
61. Analysis of dislocation mobility under concentrated loads at indentation of single crystals / I.V. Gridneva, Yu.V. Milman, V.I. Trefilov [et al] // *Phys. Stat. Sol. (a).* – 1979. – V.54, No.1. – P.195-206.
62. Подвижность дислокаций в кристалле фуллерена C₆₀ / Л.С. Фоменко, С.В. Лубенец, Ю.А. Осипьян [и др.] // *ФТТ.* – 2007. – Т.49, №4. – С.756-759.
63. Подвижность дислокаций в монокристалле корунда при высокотемпературном индентировании / И.В.Гриднева, Е.Р. Добровинская, Д.В. Лоцко [и др.] // *Неорганические материалы.* – 1991. – Т.27, №10. – С.2134-2138.
64. Gridneva, I.V. Phase transition in diamond-structure crystals during hardness measurements / I.V. Gridneva, Yu.V. Milman, V.I. Trefilov // *Phys. Status Solidi (a).* – 1972. – V.14. – P. 177-182.
65. Suzuki, T. Ultra-microindentation of silicon at elevated temperatures / T. Suzuki, T. Ohmura // *Phil. Mag. A.* – 1996. – V.74, No.5. – P. 1073-1084.
66. Мильман, Ю.В. Фазовые превращения под давлением при индентировании / Ю.В. Мильман // *Физика и техника высоких давлений.* – 2011. – Т.21, №8. – С.7-13.

67. Lloyd, S.J. Deformation under nanoindenters in Si, Ge, and GaAs examined through transmission electron microscopy / S.J. Lloyd, J.M. Molina-Aldareguia, W.J. Clegg // *Journal of Materials Research*. – 2001. – V.16, iss. 12. – P.3347-3350.
68. Kailer, A. Raman microspectroscopy of nanocrystalline and amorphous phases in hardness indentations / A. Kailer, K.G. Nickel, Yu.G. Gogotsi // *Journal of Raman Spectroscopy*. – 1999. – V. 30, iss. 10. – P.939-946.
69. Janet, J.-il. Indentation-induced phase transformations in silicon: influences of load, rate and indenter angle on the transformation behavior / J.-il Janet, M.J. Lance, S. Wen [et al] // *Acta Materialia*. – 2005. – V.53. – P.1759-1770.
70. Kovalchenko, A.M. On the cracks self-healing mechanism at ductile mode cutting of silicon / A.M. Kovalchenko, Yu.V. Milman // *Tribology International*. – 2014. – V.80. – P.166-171.
71. Cottrell, A.H. LX. A mechanism for the growth of deformation twins in crystals / A.H. Cottrell, B.A. Bilby // *The London, Edinburgh and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science. Series 7*. – 1951. – V.42, iss.329. – P.573-581.
72. Sleeswijk, A.W. Twinning and the origin of cleavage nuclei in α iron / A.W. Sleeswijk // *Acta metallurgica*. – 1962. – V.10, No.9. – P.803-812.
73. Mahajan, S. Twin-slip and twin-twin interaction in Mo – 35 at. % Re alloy / S. Mahajan // *Phil. Mag*. – 1971. – V.23. – P.781-794.
74. Особенности влияния рения на дислокационную структуру и механические свойства молибдена / С.Н. Каверина, Г.Г. Курдюмова, Ю.В. Мильман [и др.] // *Структура и свойства жаропрочных металлических материалов*. – М.: АН СССР, 1970. – С.122-135
75. Влияние легирующих элементов на дислокационную структуру хрома / Г.Г. Курдюмова, Ю.В. Мильман, В.И. Трефилов [и др.] // *Физическая природа пластической деформации и разрушения металлов*. – К.: Наукова Думка, 1969. – №21. – С.24-37.

76. О механизме пластической деформации в сплавах переходных металлов / Ю.В. Мильман, А.П. Рачек, А.А. Удовенко [и др.] // Механизм пластической деформации металлов. – К.: Наукова Думка, 1965. – С.29-42.
77. Milman, Yu.V. “Rhenium Effect” on the Improving of Mechanical Properties in Mo, W, Cr and their Alloys (review) / Yu.V. Milman, G.G. Kurdyumova // Rhenium and Rhenium Alloys. Ed.by B.D.Bryskin. – The Minerals, Metals & Materials Society, 1997. – P.717-728.
78. Булычев, С.И. Испытания материалов непрерывным вдавливанием индентора / С.И. Булычев, В.П. Алехин. – М.: Машиностроение, 1990. – 224 с.
79. Инструкция по определению механических свойств металла оборудования атомных станций безобразцовыми методами по характеристикам твердости: РД ЭО 0027-2005. – [Утв. Концерном «Росэнергоатом» 06.07.2005. – Взамен РД ЭО 0027-94; введ. Приказом Концерна «Росэнергоатом» от 19.09.2006 г. №878]. – М.: Концерн «Росэнергоатом», 1994. – 52 с.
80. Шабанов, В.М. К исследованию распределения контактных напряжений при непрерывном упругопластическом вдавливании индентора / В.М. Шабанов // Заводская лаборатория. – 2003.– № 1.– С. 41-45.
81. Шабанов, В.М. Экспресс-диагностика технического состояния металла элементов конструкций АЭС методом кинетического индентирования / В.М. Шабанов // Технологии техногенной безопасности. – 2013. – №3(39). – С. 1-7.
82. Чигарев, А.В. ANASYS для инженеров: справочное пособие / А.В. Чигарев, А.С. Кравчук, А.Ф. Смалюк. – М.: Машиностроение-1, 2004. – 514 с.

83. Каплун, А.Б. ANSYS в руках инженера: практическое руководство / А.Б. Каплун, Е.М. Морозов, М.А. Олферьева. – М.: Едиториал УРСС, 2003. – 272 с.
84. Колмаков, А.Г. Методы измерения твердости / А.Г. Колмаков, В.Ф. Терентьев, М.Б. Бакиров. – М.: Интермет Инжиниринг, 2005. – 128 с.
85. Мощенок, В.І. Модель феноменологічного зв'язку між механічними властивостями та мікродеформуванням металів / В.І. Мощенок // Автомобильный транспорт: сб. науч. тр. – Харьков: ХНАДУ. – 2007. - №21. – С.38-42.
86. Кухарева, И.Е. Применение индентирования для построения кривой растяжения / И.Е. Кухарева // Вестник ХНАДУ. – 2011. – Вып.54. – С.33-39.
87. Beghini, M. Evaluation of the stress–strain curve of metallic materials by spherical indentation / M. Beghini, L. Bertini, V. Fontanari // Int. J. Solids and Structures. – 2006. – V.43, iss. 7-8. – P.2441-2459.
88. Metallic materials – Measurement of mechanical properties by an instrumented indentation test – Indentation tensile properties: ISO/TR 29381:2008(en) [Электронный ресурс]. Online Browsing Platform (OBP). URL: <https://www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso:tr:29381:ed-1:v1:en>
89. Васаускас, С.С. Диаграмма твердости и ее применение для определения характеристик прочности металлов / С.С. Васаускас, В.Ю. Жидонис // Заводская лаборатория. – 1962. – №5. – С.605-608.
90. Прочность [Электронный ресурс]. – <https://ru.wikipedia.org/wiki/Прочность>.
91. Жуков, С.Н. Прочность – сопротивление разрыву тела на два или несколько частей / С.Н. Жуков, А.Н. Орлов, В.Р. Регель // Физический энциклопедический словарь. – М: Советская энциклопедия, 1965. – Т.4. – С.235.

92. Орлов, А.Н. Пластичность / А.Н. Орлов, В.Р. Регель // Физический энциклопедический словарь. – М.: Советская энциклопедия, 1965. – Т.4. – С.39.
93. Ленский, В.С. Пластичность / В.С. Ленский // Физический энциклопедический словарь. – М.: Советская энциклопедия, 1983. – С.547.
94. Шапошников, Н.А. Механические испытания металлов / Н.А. Шапошников – М.-Л.: Машгиз, 1954. – 443 с.
95. Results from bending tests of submicron and micron WC-Co grades of elevated temperatures / Yu.V. Milman, S. Luysckx, V.A. Goncharuk [et al] // Intern J. of Refractory Metals and Hard Materials. – 2002. – V.20. – P.71-79.
96. Юркова, А.И. Структура и механические свойства железа после поверхностной интенсивной пластической деформации трением: II. Механические свойства нано- и субмикроструктурного железа / А.И. Юркова, Ю.В. Мильман, А.В. Бякова // Деформация и разрушение материалов. – 2009. – №2. – С.2-8.
97. Механические свойства наноструктурного железа, полученного интенсивной пластической деформацией трением / А.И.Юркова, А.В.Белоцкий, А.В.Бякова [и др.] // Наносистемы, наноматериалы, нанотехнологии. – 2009. – Т.7, №2. – С.619-632.
98. Vyakova, A.V. Specific features of mechanical behaviour of submicrostructured and nanocrystalline ceramic coatings under indentation / A.V. Vyakova, Yu.V. Milman, A.A. Vlasov // Наносистемы, наноматериалы, нанотехнологии. – 2004. – Т.2. – С.215-225.
99. Vyakova, A.V. Application of the plasticity characteristic determined by the indentation technique for evaluation of mechanical properties of coatings: I. Specific features of the test method procedure / A.V. Vyakova, Yu.V. Milman, A.A. Vlasov // Science of Sintering. – 2004. – V.36. – P.27-41.

100. Vyakova, A.V. Application of the plasticity characteristic determined by the indentation technique for evaluation of mechanical properties of coatings: II. Guidelines to coating development and processing control / A.V. Vyakova, Yu.V. Milman, A.A. Vlasov // *Science of Sintering*. – 2004. – V.36. – P.93-103.
101. Бякова, А.В. Структурные аспекты прочности и пути повышения работоспособности карбидных покрытий / А.В. Бякова // *Порошковая металлургия*. – 2000. – №1-2. – С. 97-106.
102. Шумихин, В.С. Влияние термообработки на структуру и механические свойства объемноаморфизированных сплавов на основе циркония / В.С. Шумихин, А.М. Верховлюк, А.А. Щерецкий [и др.] // *Процессы литья*. – 2009. – №3. – С.59-63.
103. Олейник, Г. С. Структурные механизмы пластической деформации керамических материалов / Г. С. Олейник // *Электронная микроскопия*. – 2014. – Вып.20. – С.3-30.
104. Коренков, В.В. Масштабная зависимость характеристики пластичности материалов при наноиндентировании / В.В. Коренков, А.Ю. Наседкин // *Вестник ТГУ*. – 2009. – Т.14, вып.1. – С.19-22.
105. Tribological properties of electroless Ni-P/diamond composite films / B. Bozzini, M. Boniardi, A. Fanigliulo [et al] // *Mater. Res. Bull.* – 2001. – V.36(11). – P.1889-1902.
106. Boldt, P.H. A transmission electron microscope study of hardness indentations in MoSi₂ / P.H. Boldt, G.C. Weatherly, J.D. Embury // *J. Mater. Res.* – 2000. – V.15(4). – P.1025-1031.
107. An in situ bulk Zr₅₈Al₉Ni₉Cu₁₄Nb₁₀ quasicrystal-glass composite with superior room temperature mechanical properties / J.B. Qiang, W. Zhang, G. Xie [et al] // *Intermetallics*. – 2007. – V.15. – P.1197-1201.
108. Mogilevsky, P. Identification of slip systems in CaWO₄ scheelite / P. Mogilevsky // *Phil. Mag.* – 2005. – V.85(30). – P.3511-3539.

109. Effect of microstructure on plastic deformation of Cu at low homologous temperatures / Y. Estrin, N.V. Isaev, S.V. Lubenets [et al] // *Acta Materialia*. – 2006. – V. 54. – P. 5581-5590.
110. Shchurov, A.F. Relation between the plasticity index and the pseudopotential of covalent tetrahedral crystals / A.F. Shchurov, V.A. Perevoshchikov, A.V. Kruglov // *Technical Physics Letters*. – 1998. – V.24(5). – P.395-397.
111. Прибор ПМТН для измерения микротвердости при низких температурах под слоем охлаждающей жидкости / Ю.В. Мильман, О.Е. Складов, В.И. Трефилов [и др.] // *Исследование в области измерения твердости, Труды метрологических институтов СССР, Изд-во стандартов*. – 1967. – Вып.91 (151). – С.167-169.
112. Гудцов, Н.Т. Изучение процесса старения металлов и сплавов измерением твердости при нагреве в вакууме / Н.Т. Гудцов, М.Г. Лозинский // *Журн. Техн. Физики*. – 1952. – Т.22, №8. – С.1249-1252.
113. Нотт, Дж. Ф. Основы механики разрушения / Дж. Ф. Нотт. – М.: *Металлургия*, 1978. – 225 с.
114. Галанов, Б.А. Исследование механических свойств высокотвердых материалов методом индентирования / Б.А. Галанов, Ю.В. Мильман, С.И. Чугунова, И.В. Гончарова // *Сверхтвердые материалы*. – 1999. – №3. – С.25-38.
115. Мильман, Ю.В. Определение механических свойств малопластичных материалов методом индентирования / Ю.В. Мильман, Б.А. Галанов, С.И. Чугунова, И.В. Гончарова // *Polish Ceramic Bulletin*. – 1996. – V.50, No.12. – P.95-102.
116. Мильман, Ю.В. К вопросу определения пластичности материалов методом индентирования / Ю.В. Мильман, С.И. Чугунова, И.В. Гончарова // *Электронная микроскопия и прочность материалов*. – 2008. – Вып.15. – С.3-10.

117. Milman, Yu. Plasticity at absolute zero as a fundamental characteristic of dislocation properties / Yu. Milman, S. Chugunova, I. Goncharova // International Journal of Materials Science and Applications. – 2014. – V.3, No.6. – P.353-362.
118. Галанов, Б.А. Приближенный метод решения некоторых задач контакта двух тел при ползучести в случае неизвестной площадки контакта / Б.А. Галанов // Прикл. мех. – 1982. – Т.18, №8. – С.49-55.
119. Тихонов, Л.В. Механические свойства металлов и сплавов. Справочник / Л.В. Тихонов, В.А. Кононенко, Т.И. Прокопенко, В.А. Рафаловский. – К.: Наукова Думка, 1986. – 567 с.
120. Андреевский, Р.А. Прочность тугоплавких соединений / Р.А. Андреевский, А.Г. Ланин, Г.А. Рымашевский. – М.: Металлургия, 1974. – 232 с.
121. Влияние температуры на твердость и характер разрушения монокристаллического карбида кремния / Б.А. Борисенко, Г.Г. Гнесин, Ю.В. Мильман [и др.] // Получение и поведение материалов в космосе. Сборник. – М: Наука, 1978. – С.207-213.
122. Reed, R.P. Aluminium 2. A review of deformation properties of high purity aluminum and dilute aluminium alloys / R.P. Reed // Cryogenics. – 1972. – V.12, iss. 4. – P.257-336.
123. Huang, Z. Temperature dependence of hardness of nanocrystalline copper in low temperature range / Z. Huang, L.Y. Gu, J.R. Weertman // Scripta Materialia. – 1997. – V. 37. – P.1071-1075.
124. Пустовалов, В.В. Пластическая деформация кристаллов при низких температурах / В.В. Пустовалов, В.С. Фоменко. – К.: Наукова Думка, 2012. – 357 с.
125. Milman, Yu.V. Temperature dependence of hardness in silicon-carbide ceramics with different porosity / Yu.V. Milman, S.I. Chugunova, I.V. Goncharova, T. Chudoba, W. Lojkowski, W. Gooch // International

- Journal of Refractory Metals and Hard Materials. – 1999. – V.17, No.5. – P.361-368.
126. Kelly, A. Strong solids /A. Kelly. – Clarendon Press: Oxford, 1973. – 261 p.
127. Trefilov, V.I. Deformation and rupture of crystals with covalent interatomic bonds / V.I. Trefilov, Yu.V. Milman, O.N. Grigoriev // Prog. Crystal Growth Charact. – 1988. – V.16. – P.225-277.
128. Observations of nanoindents via cross-sectional transmission electron microscopy: a survey of deformation mechanisms / S.J. Lloyd, A. Castellero, F. Giuliani [et al] // Proc. R. Soc. A. – 2005. – V.461. – P.2521-2543.
129. Мильман, Ю.В. Исследование механизма пластической деформации в сильно двойникующихся сплавах с ОЦК-решеткой системы Cr-Mn / Ю.В. Мильман, Г.Г. Курдюмова, И.В. Гончарова // Деформация и разрушение материалов. – 2005. – №12. – С.31-38.
130. Ludwik, P. Elemente der Technologischen Mechanik / P. Ludwik. – Berlin: Applied Mechanics, Verlag von J. Springer, 1909. – 57 p.
131. Takeuchi, T. Theory of high-temperature type work-hardening of body-centred cubic metals / T.Takeuchi // J. Phys. Soc. Jpn. – 1970. – V.28, iss. 4. – P.955-964
132. Скороход, В.В. Теория физических свойств пористых и композиционных материалов и принципы управления их структурой в технологических процессах / В.В. Скороход // Порошковая металлургия. – 1995. – №1-2. – С.53-71.
133. Драчинский, А.С. Влияние пористости на трещиностойкость порошкового железа / А.С. Драчинский, А.Е. Куцевский, А.В. Перепелкин [и др.] // Порошковая металлургия. – 1982. – №12. – С.80-84.
134. The dependence of mechanical properties of sintered iron compacts upon porosity / A. Salak, V. Miskovich, E. Dudrova [et al] // Powd.Metal. Inter. – 1974. – No.6. – P.128-132.

135. Haynes, R. The Mechanical Behavior of Sintered Metals / R. Haynes. London: Freund Publishing House, 1981. – 101 p.
136. Гуревич, Ю.Г. Термическая обработка порошковых сталей / Ю.Г. Гуревич, В.И. Рахманов. – М.: Металлургия, 1985. – 80 с.
137. Андриевский, Р.А. Прочность тугоплавких соединений / Р.А. Андриевский, А.Г. Ланин, Г.А. Рымашевский. – М.: Металлургия, 1974. – 232 с.
138. Ryshkevitch, E. Discussion of ball milling of pure ceramic borides / E. Ryshkevitch // J. Am. Cer. Soc. – 1953. – V.36. – P.65-68.
139. Иоффе, А.Ф. Избранные труды в двух томах / А.Ф. Иоффе. – Л.: Наука, 1974. – Т.1: Механические и электрические свойства кристаллов. – 327 с.
140. Григорьев, О.Н. Влияние температуры на разрушение хрупких материалов при сосредоточенном нагружении / О.Н. Григорьев, В.И. Трефилов, А.М. Шатохин // Порошковая металлургия. – 1983. – №12. – С.75-82.
141. Energy partitioning and microstructural Observations related to perforation of titanium and steel targets / N.L. Rupert, F.I. Grace, W. Huang [et al] // Army Research Laboratory, ARL-TR-1453, August 1997. – P.34.
142. Srivathsa, B. Ballistic performance maps for thick metallic armour / B. Srivathsa, N. Ramakrishnan // J. of Materials Processing Technology. – 1999. – V. 96. – P.81-91.
143. Srivathsa, B. A ballistic performance index for thick metallic armour / B. Srivathsa, N. Ramakrishnan // Computational Modeling and Simulation in Engineering. – 1998. – V. 3(1). – P.33-40.
144. Pressure induced phase transition in ceramic materials during indentation / Yu.V. Milman, W. Gooch, I.I. Timofeeva [et al] // CP505, Shock Compression of Condensed Matter-1999. Eds.: M.D. Furnish, L.C. Chhabildas and R.S. Hixson. – American Institute of Physics, 2000. – P.251-254.

145. Milman, Yu.V. Mechanical properties, indentation and dynamic yield stress of ceramic targets / Yu.V. Milman, S.I. Chugunova // Int J Impact Engng. – 1999. – V. 23(1). – P.629-638.
146. Milman, Yu.V. The resistance of silicon carbide to static and impact local loading / Yu.V. Milman, S.I. Chugunova, I.I. Timofeeva // Int J Impact Engng. – 2001. – V.26. – P.533-542.
147. Milman, Yu.V. Physics of deformation and fracture at impact loading and penetration / Yu.V. Milman, S.I. Chugunova, I.V. Goncharova, V.A. Goncharuk, N.A. Yefimov // International Journal of Impact Engineering. – 2006. – V.33. – P.452-462
148. Горелик, С.С. Рентгенографический и электроннооптический анализ: практическое руководство по рентгенографии и электронной микроскопии металлов, полупроводников и диэлектриков / С.С. Горелик, Л.Н. Расторгуев, Ю.А. Скаков. – 4-е изд., испр. и доп. – М. : Металлургия, 1970. – 366 с.