

МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ И ТЕРМИЧЕСКАЯ ОБРАБОТКА МЕТАЛЛОВ. СВОЙСТВА МАТЕРИАЛОВ

УДК 669.018.25+620.178.15

РАЗРАБОТКА МЕТОДА СРАВНИТЕЛЬНОЙ ОЦЕНКИ СВОЙСТВ ТВЕРДЫХ СПЛАВОВ ПО ДИАГРАММЕ ВНЕДРЕНИЯ ПИРАМИДЫ БЕРКОВИЧА

Пашинский В.В., Субботина М.Г.

Донецкий национальный технический университет, Украина

Аннотация. Трудности в определении механических свойств твердых сплавов и прогнозировании их работоспособности обусловили повышенный интерес к поиску альтернативных испытаний. Целью работы было изучение твердых сплавов методом кинетического индентирования. Был установлен предел пропорциональности, упругая жесткость, показатель пластичности и способность сплавов превращать прикладываемую во время индентирования энергию. Была сформулирована гипотеза: уровень свойств сплавов растет при увеличении упругой жесткости, показателя пластичности, соотношения диссипированной энергии к упруго-возвращенной, энергии упругой деформации в зоне контакта индентора с отпечатком к суммарной энергии упругой деформации и отношения диссипированной энергии к общей энергии индентирования. Было показано, что низкими свойствами обладают сплавы на основе карбида титана, максимальными – сплавы на основе карбида вольфрама с матрицей из кобальта и никеля, им несколько уступают без добавок никеля.

Ключевые слова: индентирование, твердый сплав, кинетическое индентирование, диссипированная энергия, упруго-возвращенная энергия.

Введение

Трудности в определении таких механических свойств, как предел прочности, пропорциональности, относительного удлинения для хрупких материалов обусловили повышенный интерес к индентированию, как статическому, так и кинетическому или динамическому. Большой класс материалов, которые возможно испытать исключительно микромеханическим воздействием, включает стекла, алмазы, сверхтвердые материалы. Твердые сплавы подвергаются нескольким стандартным видам испытаний (испытания для определения прочности и ударной вязкости), тем не менее, неоднократно была отмечена неинформативность получаемых результатов, которые не могут полно описать поведение сплавов при эксплуатации. В связи с этим применение индентирования к твердым сплавам является перспективным направлением исследований, который может дать более полное представление о предполагаемом ресурсе работы сплавов и помочь спрогнозировать стойкость инструмента или изнашиваемых деталей из сплавов этой группы.

Целью данной работы было изучение твердых сплавов методом кинетического индентирования. Задачами исследования было установление предела пропорциональности, упругой жесткости, показателя пластичности и способности сплавов поглощать прикладываемую энергию.

Материалы и методы исследования

Для исследования были использованы образцы из порошковых спеченных сплавов на основе карбидов титана и вольфрама, которые приведены в **табл. 1**. Сплавы были получены по технологии контролируемого горячего вакуумного прессования. Сплавы ВК30 и ТС15/15 представлены после нескольких циклов прессования – 1, 2 или 3 соответственно.

Кинетическое индентирование было проведено согласно ISO 14577:2002(E) «Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters. Part 1: Test method» [1]. Испытания проводились на приборе «Микронгамма» с установленной пирамидой Берковича [2, 3]. На каждом сплаве была снята серия из 10 кривых.

Таблица 1

Состав, твердость и прочность
исследуемых сплавов

Марка сплава	Твердость HV, ГПа	$\sigma_{изг}$, Н/мм ²	Состав, %мас.
ВК30-1цикл*	517±14	2210	70WC-30Co
ВК30-2цикла	521±19	2260	
ВК30-3цикла	469±21	2050	
ТС15/15-1цикл	376±48	2405	70WC-15Co-15Ni
ТС15/15 2цикла	402±11	2000	
ВК11	872±27	2225	89WC-11Co
ВК25	548±17	2700	75WC-25Co
ТС7/7	925±19	2900	86WC-15Co-15Ni
Т50Н10Ж40	508±167	-	50TiC-10Ni-40Fe
Т50Н40Ж10	299±23	-	50TiC-40Ni-10Fe
Т50Т23Н27	1007±78	-	50TiC-23Ti-27Ni
Т50Т39Н11	2313±85	-	50TiC-39Ti-11Ni

Определение показателя пластичности базируется на работах [4, 5]. Была определена доля пластической деформации в общеупругой деформации под индентором δ_H – это безразмерная величина, которая может изменяться от 0,13 (для алмаза) до 0,99 (для золота).

$$\delta_H = \frac{\varepsilon_p}{\varepsilon} = 1 - \frac{\varepsilon_e}{\varepsilon},$$

где ε_p , ε_e , ε – усредненные по площадке контакта индентора со шлифом значения пластической, упругой и общей деформации.

$$\varepsilon = \ln \sin \gamma_1;$$

$$\varepsilon_p = \ln \sin \gamma_2;$$

$$\operatorname{ctg} \gamma_2 = \operatorname{ctg} \gamma_1 - 1,77 \frac{HM}{Er};$$

$$E_r = \frac{HM}{\varepsilon'_e};$$

$$\varepsilon'_e = K_5 \cdot N \cdot \operatorname{ctg} \gamma_1 \cdot \frac{h_e}{h};$$

$$N = \frac{h}{h_e} \left[1 + K_3 \left(\frac{h}{h_e} + \frac{h_H}{h_c} - 1 \right) \right]^{-1},$$

где γ_2 – угол между осью и гранью восстановленного отпечатка; γ_1 – половина двухгранного угла пирамиды индентора, т.е. $\gamma_1=68^\circ$ – для пирамиды Виккерса, $\gamma_1=65^\circ$ – для пирамиды Берко-

вича; HM – твердость по Мейеру; E_k – эффективный (контактный, приведенный) модуль Юнга; ε'_e – упругая деформация контактной пары индентор-отпечаток твердости; h_H – высота навала (обычно принимается равной 0); $K_3 = 1,26$; $K_5 = 0,28$ – коэффициенты формы индентора [4].

Предел пропорциональности при индентировании σ_{ind} был определен по следующей зависимости [4, 6, 7]:

$$\sigma_{ind} = E \cdot \varepsilon_{es}; \quad \varepsilon_{es} = \varepsilon_p \frac{h_s}{h_c};$$

$$h_s = 0,75 P_{max} / S; \quad h_c = h_{max} - h_s,$$

где ε_{es} – величина упругой деформации в бесконтактной области; E – модуль упругости материала образца.

По кривым индентирования также были найдены следующие показатели энергетических затрат: W_{pl} – диссипированная материалом энергия; W_e – энергия упругого восстановления; W_s – энергия на совершения бесконтактной упругой деформации; W_c – энергия упругопластической деформации; W_{ce} – энергия упругой деформации в зоне контакта с индентором. Но абсолютные значения энергии (нДж) зависят от глубины внедрения индентора и поэтому не могут быть показательными при схеме испытания, когда регламентируется только прилагаемая нагрузка. Поэтому были рассчитаны соотношения энергий, затраченных на процессы при индентировании.

Результаты исследования и их обсуждение

Установленные максимальная глубина внедрения индентора h_{max} , глубина восстановленного отпечатка h_f , модуль нормальной упругости E , твердость HM , упругая жесткость S [8], которые определяются по ISO, приведены в табл. 2.

Максимальная жесткость наблюдается для сплавов ТС15/15 и ВК30 (после двух циклов спекания). При этом твердость и модуль Юнга максимальны для ВК11 и сплавов Т50Т23Н27 и Т50Т39Н11.

Рассчитанные значения показателя пластичности δ_H и предела упругости при индентировании представлены на рис. 1.

Величина δ_H максимальна для сплавов на основе карбида вольфрама – ВК30 и ТС15/15, ниже для сплавов ВК25, ТС7/7, незначительно меньше для сплавов системы TiC-Fe-Ni и минимальна для сплавов TiC-Ti-Ni. Сплавы ВК и ТС представлены после нескольких циклов спекания.

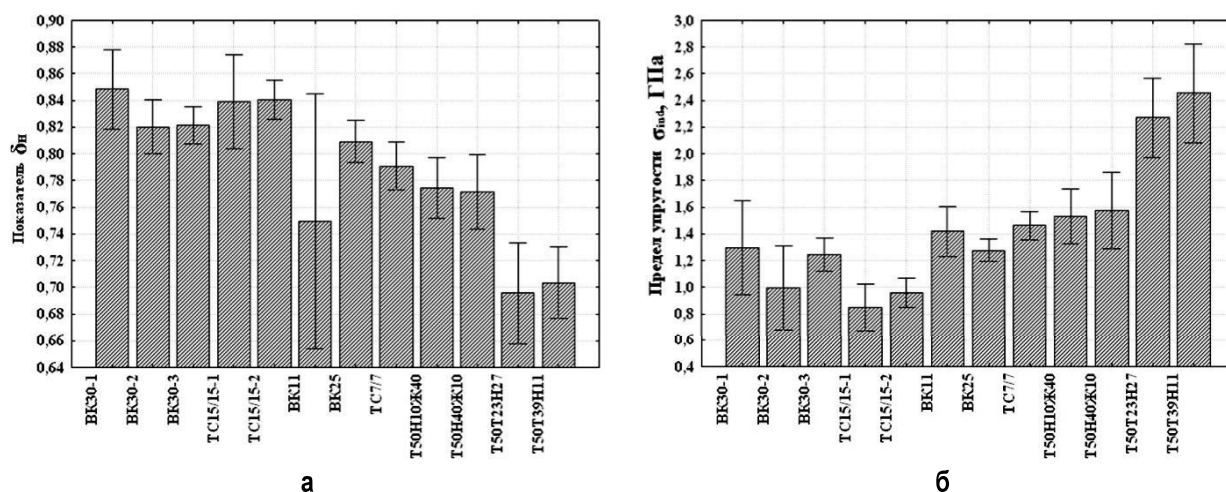


Рис.1. Установленные свойства сплавов: а - доля пластической деформации в общеупругой деформации под индентором δ_n ; б - предел упругости σ_{ind} , ГПа

Для сплава BK30 наивысшая δ_n наблюдается после одного цикла ($0,8483 \pm 0,029$) спекания, второй цикл приводит к некоторому понижению ($0,8203 \pm 0,020$) пластичности, а третий цикл немного повышает средние показатели пластичности ($0,8216 \pm 0,014$). Сплав TC15/15 имеет наибольшую пластичность после второго цикла спекания ($0,8406 \pm 0,015$), по сравнению с одним циклом ($0,8391 \pm 0,035$) средние значения возросли слабо, но значительно сузились доверительный интервал. Малая пластичность сплавов на основе TiC обусловлена свойствами самого карбида, но при Ni-Fe-связке показатели намного выше, чем при Ni-Ti.

Динамика изменения предела упругости и упругой деформации в бесконтактной области коррелирует между собой для исследуемых сплавов. Наименьшие величины σ_{ind} демонстрируют сплавы на основе WC, наибольшие – сплавы системы TiC-Ti-Ni. Вторым циклом спекания сплава BK30 приводит к понижению $\sigma_{ind} = 3,44 \pm 1,25$ ГПа по сравнению с первым $\sigma_{ind} = 4,06 \pm 1,11$ ГПа, а после третьего цикла предел упругости несколько возрастает $\sigma_{ind} = 3,97 \pm 0,48$ ГПа. Значения σ_{ind} для сплава TC15/15 ниже, чем для BK30, но после второго цикла возрастают от $2,82 \pm 0,93$ до $3,12 \pm 0,42$ ГПа.

Сплавы BK11 и TC7/7 обладают пределом упругости гораздо большим, чем другие исследованные сплавы на основе WC – $5,57 \pm 0,73$ и $5,90 \pm 0,48$ ГПа соответственно. Эти значения

выше, чем у сплавов T50N10Ж40 и T50N40Ж10 ($4,35 \pm 0,80$ и $4,77 \pm 0,89$ ГПа соответственно). Сплав BK25 приближается по свойствам к BK30 после 1 или 3 циклов спекания. Для него $\sigma_{ind} = 3,94 \pm 0,19$ ГПа.

Таким образом, можно утверждать, что для сплавов на основе WC предел упругости (и упругая деформация в бесконтактной области) находится в прямой зависимости от содержания карбида в структуре: при увеличении содержания WC σ_{ind} уменьшается.

Таблица 2

Свойства сплавов, установленные индентированием

Сплавы	E, ГПа	НМ, ГПа	h_{max} , мкм	h_f , мкм	Жесткость S, Н/мкм
BK30-1цикл	$314,6 \pm 13,6$	$11,4 \pm 1,2$	$1,50 \pm 0,07$	$1,19 \pm 0,09$	$2,23 \pm 0,39$
BK30-2цикла	$343,7 \pm 31,9$	$13,5 \pm 2,9$	$1,41 \pm 0,10$	$1,07 \pm 0,11$	$3,39 \pm 1,21$
BK30-3цикла	$318,4 \pm 15,2$	$13,0 \pm 1,5$	$1,43 \pm 0,07$	$1,08 \pm 0,07$	$2,32 \pm 0,12$
TC15/15-1цикла	$325,6 \pm 31,7$	$11,2 \pm 3,6$	$1,55 \pm 0,14$	$1,22 \pm 0,16$	$2,68 \pm 0,19$
TC15/15-2цикла	$324,4 \pm 16,7$	$10,4 \pm 1,2$	$1,56 \pm 0,08$	$1,22 \pm 0,08$	$2,69 \pm 0,17$
BK11	$393,9 \pm 13,9$	$19,6 \pm 1,4$	$1,18 \pm 0,03$	$0,78 \pm 0,16$	$2,55 \pm 0,45$
BK25	$309,7 \pm 18,5$	$12,8 \pm 0,6$	$1,43 \pm 0,03$	$1,06 \pm 0,04$	$2,25 \pm 0,11$
TC7/7	$403,8 \pm 17,1$	$19,5 \pm 1,7$	$1,18 \pm 0,04$	$0,85 \pm 0,05$	$2,41 \pm 0,09$
T50T23H27	$399,6 \pm 43,1$	$32,2 \pm 7,5$	$1,02 \pm 0,08$	$0,61 \pm 0,09$	$1,96 \pm 0,12$
T50T39H11	$343,5 \pm 49,0$	$30,3 \pm 8,1$	$1,08 \pm 0,11$	$0,65 \pm 0,10$	$1,75 \pm 0,12$
T50N40Ж10	$304,0 \pm 19,5$	$15,3 \pm 2,4$	$1,35 \pm 0,08$	$0,94 \pm 0,10$	$2,04 \pm 0,24$
T50N10Ж40	$281,2 \pm 19,3$	$14,8 \pm 2,6$	$1,39 \pm 0,10$	$0,97 \pm 0,09$	$2,00 \pm 0,13$

В целом характер изменения σ_{ind} обратный изменению доли пластической деформации δ_n .

По кривым индентирования также были найдены показатели энергетических затрат по методике, приведенной в [9, 10]. Их сравнительные величины приведены на рис. 2.

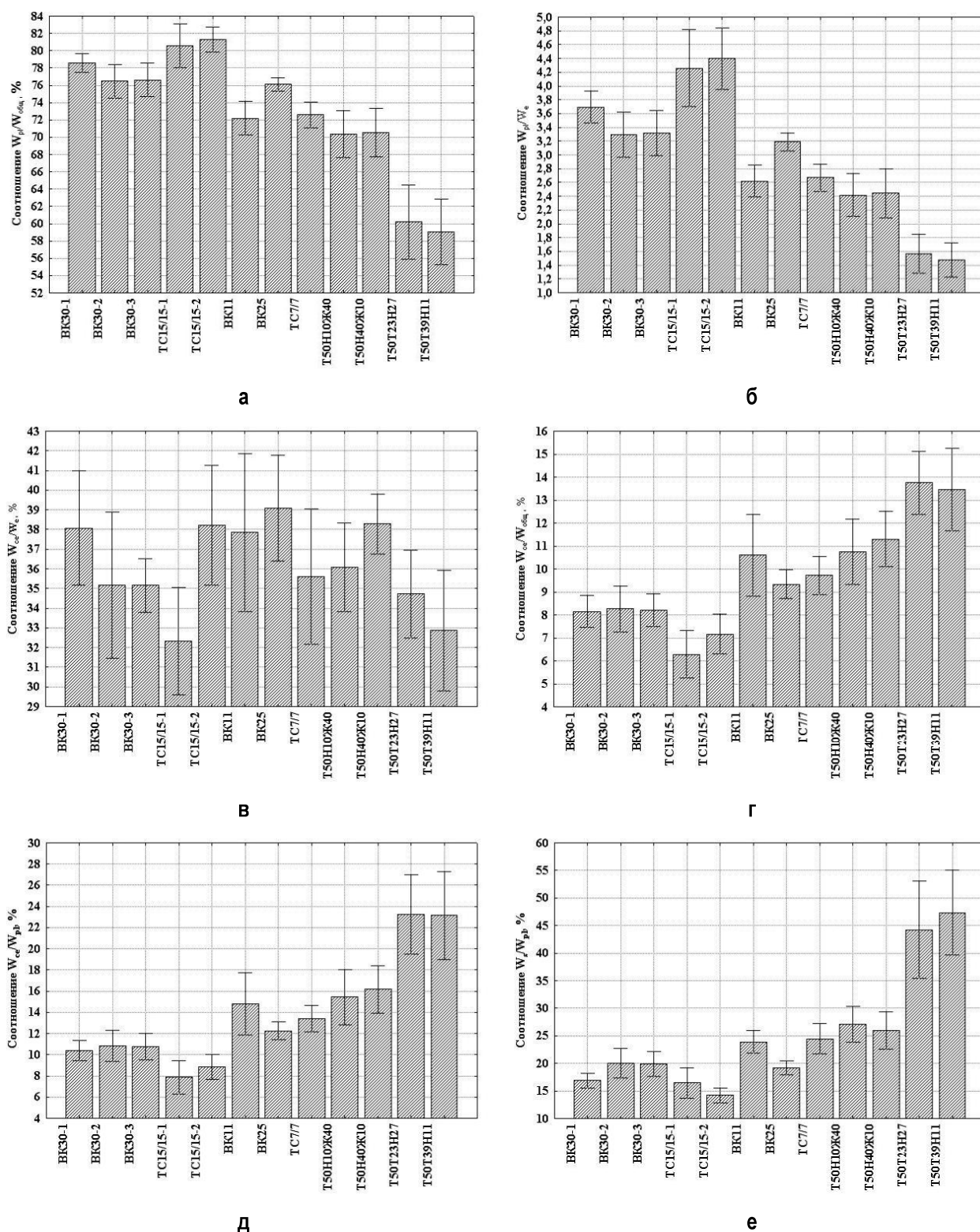


Рис. 2. Соотношение энергетических затрат при индентировании исследуемых сплавов:
 а - $W_{pl}/W_{общ}$; б - W_{pl}/W_e ; в - W_{ce}/W_e ; г - $W_{ce}/W_{общ}$; д - W_{ce}/W_{pl} ; е - W_s/W_{pl}

Среди всех определенных величин наиболее просто трактуемой является соотношение диссипированной к общей энергии индентирования

$W_{pl}/W_{общ}$. Максимальные значения $W_{pl}/W_{общ}$ демонстрирует сплав TC15/15. Более 80% прикладываемой энергии он поглощает, причем эта способ-

ность возрастает после второго цикла спекания. Сплав ВК30-1ц также способен превратить большую часть энергии 79%, но после второго и третьего цикла спекания $W_{pl}/W_{общ}$ падает до 76%.

Сплав ВК25 приближен к ВК30-2цикла и - 3цикла: $W_{pl}/W_{общ} = 76\%$.

Несколько ниже величины для сплавов ВК11 и ТС7/7 – 72 и 73% соответственно. Сплавы TiC-Ni-Fe в среднем диссипируют меньшую часть энергии, чем сплавы на основе WC, но в доверительном интервале приближаются к сплавам ВК11 и ТС7/7.

Гораздо меньшую часть энергии поглощают сплавы TiC-Ti-Fe, для которых $W_{pl}/W_{общ}$ составляет около 60%.

Остальные энергетические показатели можно разделить на две категории. К первой относятся те, которые изменяются по такой же закономерности, как и $W_{pl}/W_{общ}$, а ко второй те, которые изменяются обратно $W_{pl}/W_{общ}$ – то есть падают для тех сплавов, на которых доля диссипированной энергии возрастает.

К первой группе относятся:

а) Отношение диссипированной энергии к упруго-возвращенной W_{pl}/W_e .

б) Соотношение энергии упругой деформации в контактной зоне отпечатка ко всей энергии упругой деформации W_{ce}/W_e .

Ко второй группе относятся:

а) Соотношение энергии упругой деформации в контактной зоне отпечатка к общей энергии индентирования $W_{ce}/W_{общ}$.

б) Соотношение энергии, затраченной на упругую деформацию в контактной зоне, к диссипированной энергии W_{ce}/W_{pl} .

в) Соотношение энергии, затраченной на внеконтактную упругую деформацию, к диссипированной энергии W_s/W_{pl} .

На основании приведенных результатов была сформулирована следующая гипотеза. Поскольку повышение доли диссипированной материалом энергии относительно общей энергии процесса является свидетельством повышения способности материала поглощать и рассеивать передаваемую энергию без разрушения, то предпочтительным является увеличение $W_{pl}/W_{общ}$. Жесткость материала S , показатель пластичности δ_H , соотношения W_{pl}/W_e , W_{pl}/W_e , W_{ce}/W_e растут с повышением $W_{pl}/W_{общ}$ и падают при понижении этого соотношения. Следовательно, предпочтительным является увеличение упомянутых свойств.

На основании рабочей гипотезы можно записать исследованные сплавы в ряд, в котором слева направо повышается комплекс свойств: T50T23H27, T50T39H11 → T50H40Ж10, T50H10Ж40 → ТС7/7, ВК11 → ВК30-3цикла, ВК30-1цикл → ВК30-2цикла → ТС15/15-1цикл, ТС15/15-2цикла.

Заключение

Таким образом, в работе были исследованы твердые сплавы с использованием методики кинетического индентирования. Установлен предел пропорциональности, упругая жесткость, показатель пластичности и способность сплавов превращать прилагаемую во время индентирования энергию. На основании полученных данных сформулирована гипотеза: уровень свойств сплавов растет при увеличении упругой жесткости S , показателя пластичности δ_H , соотношения диссипированной энергии к упруго-возвращенной W_{pl}/W_e , энергии упругой деформации в зоне контакта индентора с отпечатком к суммарной энергии упругой деформации W_{ce}/W_e и отношения диссипированной энергии к общей энергии индентирования $W_{pl}/W_{общ}$.

Показано, что низкими свойствами обладают сплавы на основе карбида титана (T50T23H27, T50T39H11, T50H40Ж10, T50H10Ж40), максимальными свойствами обладают сплавы на основе WC с матрицей из кобальта и никеля ТС15/15, им несколько уступают сплавы с меньшим содержанием связки (ТС7/7) и без добавок никеля (ВК11, ВК30).

Список литературы

1. ISO 14577:2002(E). Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters. Part 1: Test method.
2. Min L., Wei-Min C., Nai-Gang L., Wang Ling-Dong W. A numerical study of indentation using indenters of different geometry // Journal of material research. 2004. Vol. 19. No. 1. P. 73-78.
3. Barnoush A. Correlation between dislocation density and nanomechanical response during nanoindentation // Acta materialia. 2012. Vol. 60. P. 1268-1277.
4. Milman Yu.V., Chugunova S.I., Goncharov I.V. Plasticity determined by indentation and theoretical plasticity of materials // Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics. 2009. V. 73. Iss. 9. P. 1215-1221.
5. Куц В.И., Дуб С.Н. Оценка упругопластических свойств материалов по данным наноиндентирования и компьютерного моделирования. Экспериментально-теоретическая методика // Сверхтвердые материалы. 2012. Вып. №4. С. 3-12.
6. Уравнение индентирования / Фирстов С.А., Горбань В.Ф., Печковский Э.П., Мамека Н.А. // Доповіді НАНУ. 2007. №12. С. 100-106.
7. Фирстов С.А., Горбань В.Ф., Печковский Э.П. Новые методологические возможности определения механических свойств современных материалов методом автоматического индентирования // Наука та інновації. 2010. Т. 6. №5. С. 7-18.

8. Guillonneau G., Kermouche G., Bec S., Loubet J.-L. Determination of mechanical properties by nanoindentation independently of indentation depth measurement // *Journal of material research*. 2012. Vol. 27. No. 19. P. 2551-2560.
9. Ma D., Zhang T., Wo Ong C. Evaluation of the effectiveness of representative methods for determining Young's modulus and hardness from instrumented indentation data // *Journal of material research*. 2006. Vol. 21. No. 1. P. 225-233.
10. Malzbender J. Comment on the determination of mechanical properties from the energy dissipated during indentation // *Journal of material research*. 2005. Vol. 20. No. 5. P. 1090-1092.
11. Jha K.K., Suksawang N., Lahiri D., Agarwal A. Evaluating initial unloading stiffness from elastic work-of-indentation measured in a nanoindentation experiment // *Journal of material research*. 2013. Vol. 28. No. 6. P. 789-797.

INFORMATION ABOUT THE PAPER IN ENGLISH

METHOD DEVELOPMENT FOR COMPARATIVE ASSESSMENT OF CARBIDE ALLOYS PROPERTIES USING THE BERKOVICH LOAD-DISPLACEMENT CURVE

Pashinsky Vladimir Viktorovich – D.Sc. (Eng.), Professor, Donetsk National Technical University, Ukraine. Phone: 38(062)301-08-57. E-mail: vvpashynsky@gmail.com

Subbotina Mariia Gennadiyevna – Postgraduate Student, Donetsk National Technical University, Ukraine. Phone: 38(062)301-08-57. E-mail: pbm-box@mail.ru

Abstract. The search for alternative test methods for carbide alloys was caused by the difficulties in determining the mechanical properties of these materials and absence of valid criteria of their working capacity prediction. The main goal of the paper was to study carbide alloys based on TiC and WC carbides via instrumented indentation technique. The proportionality limit, elastic stiffness, plasticity index and capability to dissipate indentation energy were determined for each examined alloy. It was shown that the level of material properties was increased by growth of the following characteristics: elastic stiffness; plasticity index; ratio of dissipated energy to elastically-recovered energy; ratio of elastic energy in a contact area of an indenter with its imprint to the total elastically-recovered energy; ratio of dissipated energy to the total indentation energy. It was proved that alloys based on the TiC with Ti-Ni or Ni-Fe matrixes had lower properties than WC-based alloys with Co-Ni matrix.

Keywords: indentation, carbide alloy, instrumented indentation, dissipated energy, elastic-recovered energy.

References

1. ISO 14577:2002(E). Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters. Part 1: Test method.
2. Min L., Wei-Min C., Nai-Gang L., Wang Ling-Dong W. A numerical study of indentation using indenters of different geometry. *Journal of material research*. 2004, vol. 19, no. 1. pp. 73-78.
3. Barnoush A. Correlation between dislocation density and nano mechanical response during nanoindentation. *Acta materialia*. 2012, vol. 60, pp. 1268-1277.
4. Milman Yu.V., Chugunova S.I., Goncharov I.V. Plasticity determined by indentation and theoretical plasticity of materials. *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics*. 2009, vol. 73, iss. 9, pp. 1215-1221.
5. Kushch V.I., Dub S.N. The Assessment of elasto-plastic properties of materials from nanoindentation and computer simulation. Experimental-and-theoretical procedure. *Sverkhverdnye materialy*. [Ultra-hard Materials]. 2012, vol. №4, pp. 3-15.
6. Firstov S.A., Gorban V.F., Pechkovsky E.P., Mameka N.A. The equation of indentation *Dopovidi Nacional'noi Akademii Nauk Ukrainy* [Reports of National Academy of Sciences of Ukraine] 2007, no. 12, pp. 100-106.
7. Firstov S.A., Gorban V.F., Pechkovsky E.P. New Methodological Opportunities of Modern Materials Mechanical Properties Definition by the Automatic Indentation Method. *Nauka ta inovacii* [Science and innovations] 2010, vol. 6, iss. 5, pp. 7-18.
8. Guillonneau G., Kermouche G., Bec S., Loubet J.-L. Determination of mechanical properties by nanoindentation independently of indentation depth measurement. *Journal of material research*. 2012, vol. 27, no. 19, pp. 2551-2560.
9. Ma D., Zhang T., Wo Ong C. Evaluation of the effectiveness of representative methods for determining Young's modulus and hardness from instrumented indentation data. *Journal of material research*. 2006, vol. 21, no. 1, pp. 225-233.
10. Malzbender J. Comment on the determination of mechanical properties from the energy dissipated during indentation. *Journal of material research*. 2005, vol. 20, no. 5, pp. 1090-1092.
11. Jha K.K., Suksawang N., Lahiri D., Agarwal A. Evaluating initial unloading stiffness from elastic work-of-indentation measured in a nanoindentation experiment. *Journal of material research*. 2013, vol. 28, no. 6, pp. 789-797.