

## РОЗМІРНИЙ ЕФЕКТ У ПРОЦЕСІ ВИМІРЮВАННЯ ТВЕРДОСТІ ЗА ВІККЕРСОМ

Мощенко В. І., Мощенко В. В.

Харківський національний автомобільно-дорожній університет

**Анотація.** Важливим аспектом у проведенні дослідження твердості з використанням піраміди Віккерса є врахування розмірного ефекту. Під час вимірювання твердості за методом Віккерса прикладене навантаження ділять на площу поверхні відбитка. Значним фактором, що впливає на відповідність результатів вимірювання твердості, є розмірний ефект. Розмірний ефект значно впливає на результати вимірювання твердості, змінюючи їхні значення на 20–60 %.

**Ключові слова:** твердість за Віккерсом, індентор, піраміда, розмірний ефект.

### Вступ

Широке застосування випробувань на твердість пояснюється низкою їхніх переваг перед іншими видами механічних випробувань. Однак дотепер існує кілька проблем у визначенні твердості металів та сплавів, наприклад, вважається, що твердість металів є константою, але на практиці твердість залежить від навантаження. Вдавлювання індентора в поверхню матеріалу здійснюється в кожному методі визначення твердості з різним навантаженням. Сила навантаження на індентор залежить від властивостей матеріалу, розмірів дослідного зразка та інших факторів експерименту. Зі свого боку твердість за Віккерсом [1] також значно залежить від навантаження на індентор. Це явище отримало назву «розмірний ефект», або «indentation size effect» [2].

### Аналіз публікацій

Твердість за Віккерсом, згідно з ДСТУ ISO 6507 [1], визначають у трьох діапазонах.

Таблиця 1 – Діапазони значень зусиль, які прикладаються до зразка за методом Віккерса відповідно до стандарту ISO 6507

| Назва діапазону                                   | Зусилля F, N             |
|---|--------------------------|
| Твердість за Віккерсом                            | $F \geq 49,03$           |
| Твердість за Віккерсом за умови малих навантажень | $1,961 \leq F < 49,03$   |
| Мікротвердість за Віккерсом                       | $0,09807 \leq F < 1,961$ |

Розмірний ефект – це залежність твердості від глибини проникнення індентора або навантаження. Існує близько 12 причин, що впливають на величину й характер зміни розмірного ефекту від навантаження [2; 3].

Основні гіпотези розмірного ефекту:

- вплив геометричної форми індентора;
- вплив зовнішніх вібрацій;
- вплив недосконалості індентора;
- вплив границь зерен і включень;
- наклеп поверхні під час полірування;
- наклеп під час індентування;
- індентування «без дислокаційних об'ємів» із твердістю, що наближається до теоретичної границі, коли розмір відбитку порівняний з міждислокаційними відстанями;
- вплив геометрії індентора на значення площі (об'єму) втиснутої частини і, відповідно, твердість;
- збільшення відносної похибки вимірювання розмірів відбитка;
- велика відносна частка пружного відновлення для маленького відбитка;
- зміна положення поверхні контакту щодо об'єму, який індентують;
- наявність «крайового» ефекту – додаткової згинальної деформації по краю відбитка тощо.

У дисертації [4] Choi In-Suk експериментально встановив на прикладі Nano Indenter XP (MTS Systems Corporation, Eden Prairie, MN, USA) у процесі індентування пірамідою Берковича вольфрам нікелевого сплаву різної зернистості (розмір зерна 3, 20, 90 нм) зовсім інший характер зміни твердості від навантаження. Наприклад, у разі збільшення навантаження на індентор твердість індентування крупнозернистого (розмір зерна 20, 90 нм) вольфрам нікелевого сплаву збільшується з 5,5 до 7 ГПа, тоді як під час індентування однорідного сплаву (розмір зерна 3 нм) твердість практично не змінюється і становить приблизно 4,75 ГПа (рис. 1).

У роботі [5], навпаки, показано зменшення твердості Ag зі збільшенням навантаження з 780 до 400 МПа, тобто удвічі.

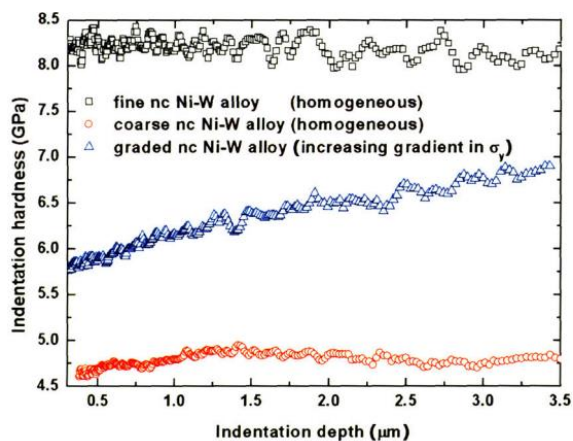


Рис. 1. Залежність твердості інденування від навантаження під час втискання в Ni-W-сплави піраміди Берковича [4]

Низка авторів також установила наявність розмірного ефекту під час вимірювання твердості різних матеріалів. На прикладі інденування скла встановлено зменшення твердості з 6,2 до 4,2 ГПа [6], у процесі інденування полікристалічної та монокристалічної міді твердість зі збільшенням навантаження зменшується з 1,9 до 0,8 ГПа [7]. У роботах [8; 9] аналізуються вищенаведені причини появи розмірного ефекту та стверджується його наявність. За допомогою методу кінцевих елементів також установлюється наявність розмірного ефекту за умови використання інденаторів різної форми [10]. Вимірювання твердості іридію сферичними інденаторами різних діаметрів показує плавне збільшення цього показника механічних властивостей [11; 14]. Дослідження твердості плівки з  $\text{Al}_2\text{O}_3$  також виявило присутність розмірного ефекту, причину якого автори пов'язують з теорією Нікса та Гао [12]. Вимірювання мікротвердості за Віккерсом кераміки із субоксиду бору ( $\text{B}_6\text{O}$ ) демонструє наявність зменшення твердості із зростанням навантаження [13]. Наявність розмірного ефекту під час вимірювання твердості за методом Віккерса найбільшим чином змінює значення твердості, особливо в разі малих навантажень у мікро- та нанодіапазонах (рис. 2) [15]. Якщо зі збільшенням навантаження інденування твердість зменшується, то це прямий або просто розмірний ефект і, навпаки, якщо зі збільшенням навантаження твердість збільшується, в цьому випадку говорять про зворотний розмірний ефект (reverse indentation size effect). Незважаючи на відсутність досить переконливих теорій, що пояснюють явище розмірного ефекту в твердометрії, усі ці теорії мають місце.

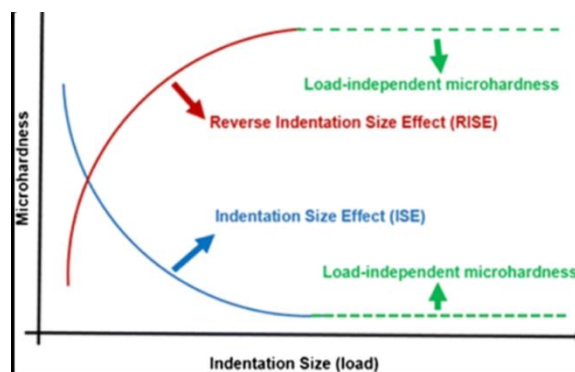


Рис. 2. Прямий та зворотний розмірні ефекти в процесі вимірювання твердості за Віккерсом [15]

### Мета та постановка завдання

Метою дослідження є оцінювання характеру зміни твердості зі збільшенням навантаження на інденатор із використанням функціональної залежності твердості від глибини втискання інденатора. Для цього необхідно встановити такий зв'язок для інденаторів різної геометрії, провести експериментальне дослідження під час втискання піраміди Берковича в металеві зразки різної твердості, розрахувати значення твердості за Віккерсом за умови різних навантажень.

### Теоретичні дослідження розмірного ефекту під час вдавлювання піраміди Віккерса

Дослідження методом Віккерса по відновленому відбитку металів різної твердості показали, що крива навантаження в процесі втискання піраміди Віккерса найбільш точно описується рівнянням вигляду [2]:

$$F = ah^2 + bh, \quad (1)$$

де  $F$  – навантаження, мм;  $a$ ,  $b$  – константи, що залежать від форми застосовуваного інденатора та властивостей матеріалу, з розмірністю  $\text{H}/\text{мм}^2$  ( $a$ ) та  $\text{H}/\text{мм}$  ( $b$ );  $h$  – глибина вдавлювання інденатора, мм.

Формула для визначення твердості за Віккерсом з урахуванням рівняння (1) матиме такий вигляд:

$$HV = \frac{F}{S_{\text{спр}}} = \frac{ah^2}{26,428h^2} = c + \frac{d}{h}, \quad (2)$$

де  $S_{\text{спр}}$  – площа бічної поверхні впродовженої частини піраміди,  $\text{мм}^2$ ;  $c = \frac{a}{26,428}$ ,  $\text{H}/\text{мм}^2$  – константа, що залежать від форми застосовуваного інденатора та властивостей матеріалу;

$d = \frac{b}{26,428}$ , Н/мм – константа, що також залежить від форми застосовуваного індентора та властивостей матеріалу.

Як впливає з формули (2), зі збільшенням глибини вдавлювання піраміди Віккерса значення чисел твердості за Віккерсом завжди зменшуватимуться.

### Експериментальні дослідження розмірного ефекту при вдавлюванні піраміди Віккерса

Для перевірки цього математичного висновку залежності твердості за Віккерсом від глибини втілення індентора (тобто навантаження) сплановано та проведено серію експериментів щодо індентування пірамідою Віккерса різних за твердістю металів та сплавів.

Дослідження було проведено на трьох зразках: МА21 – магнієвому сплаві, БрО5Ц5С5 – бронзі, 12Х18Н10Т – жароміцному сталевому сплаві. Зовнішній вигляд цих зразків показано на рис. 3.

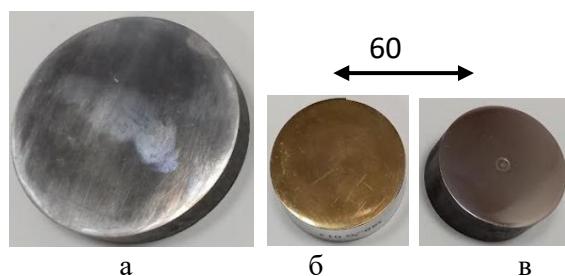


Рис. 3. Зовнішній вигляд та розмір зразків для вимірювання твердості за Віккерсом: а – МА21; б – БрО5Ц5С5; в – 12Х18Н10Т

Результати досліджень наведені в табл. 2.

Таблиця 2 – Значення твердості за Віккерсом за умови різних навантажень на індентор

| Навантаження, Н | Твердість НV |      |          |
|-----------------|--------------|------|----------|
|                 | 12Х18Н10Т    | МА21 | БрО5Ц5С5 |
| 196,1           | 200          | 69   |          |
| 49,03           | 196          | 71   | 85       |
| 29,2            | 252          | 128  |          |
| 24,5            |              |      | 163      |
| 19,6            |              |      | 211      |

Графічна інтерпретація залежності твердості зразків з МА21; БрО5Ц5С5; 12Х18Н10Т від навантаження наведено на рис. 4.

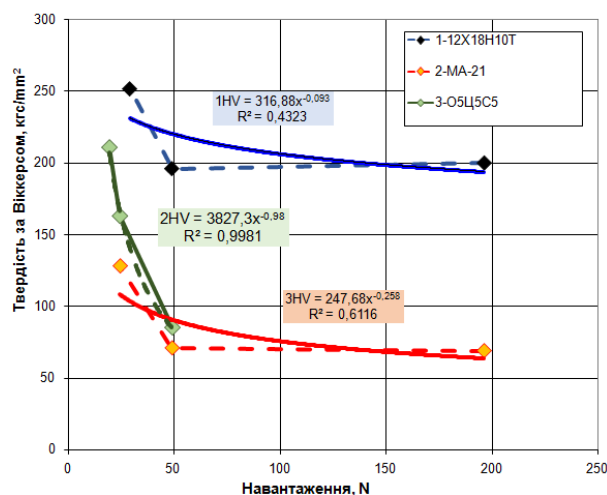


Рис. 4. Графік залежності твердості за Віккерсом від навантаження

Як впливає з наведеного вище рисунка, для всіх досліджених зразків реалізується прямий розмірний ефект: з підвищенням навантаження від 20 до 200 Н твердість знижується в 2,5–3,0 рази.

### Висновки

1. Під час дослідження залежності твердості за Віккерсом від навантаження зразків з 12Х18Н10Т, МА21, БрО5Ц5С5 явно спостерігається прямий розмірний ефект (indentation size effect). Це свідчить про те, що за умови збільшення навантаження в процесі вимірювань твердість матеріалів значно зменшується.

2. У дослідженні залежності твердості за Віккерсом від навантаження зразка 12Х18Н10Т встановлено, що із збільшенням навантаження з 29Н до 196Н твердість зменшується з 252НV29/10 до 200НV196/10, тобто на 21 %.

3. У процесі дослідження залежності твердості за Віккерсом від навантаження зразка МА21 встановлено, що із збільшенням навантаження з 24Н до 196Н твердість зменшується з 128НV24/10 до 69НV196/10, тобто на 47 %.

4. Під час дослідження залежності твердості за Віккерсом від навантаження зразка БрО5Ц5С5 встановлено, що із збільшенням навантаження з 19Н до 49Н твердість зменшується з 211НV19/10 до 85НV49/10, тобто на 60 %.

5. Збільшення значень твердості за Віккерсом зі зменшенням випробувального навантаження на індентор потрібно мати на увазі,

особливо в дослідженні металів та сплавів у мікро- та нанодіапазонах.

### Література

1. Metallic materials. Vickers hardness test. Part 1: Test method: ISO 6507-2018. Published 10.01. 2018. 38 p.
2. Мощенок В. І. Нові методи визначення твердості матеріалів: монографія. – 2-е вид., доп. і перероб. Харків: ХНАДУ, 2013. 324 с.
3. Федосов С. А., Пешек Л. Определение механических свойств материалов микроиндентированием. Современные зарубежные методики. Москва: Физический факультет МГУ, 2004. 100 с.
4. Choi, In-Suk. Indentation of Plastically Graded Materials: dissertation doctor of Philosophy in Materials Science and Engineering. Massachusetts Institute of Technology. Massachusetts, 2007. 126 p.
5. Micro- and Nanomechanics / Barton C. Prorok, Yong Zhu, Horacio D. Espinosa et al. // Encyclopedia of Nanoscience and Nanotechnology. 2004. Vol. 5. P. 555–600.
6. Steenberge, Nele Van. Study of structural changes of Zr-based bulk metallic glasses upon annealing and deformation treatments: thesis. Barcelona: Universitat Autònoma de Barcelona, 2008. 220 p.
7. Al-Rub Rashid Kamel Abu. Material length scales in gradient-dependent plasticity/damage and size effects: Theory and computation: a dissertation doctor of Philosophy. Louisiana State University and Agricultural and Mechanical College. Louisiana, 2004. 371 p.
8. Pervissian, Pantea. Sub-Micron Indium Pillar Fabrications: thesis. Waterloo: University of Waterloo, 2009. 138 p.
9. Berke, Péter Zoltán. Numerical modeling of the surface and the bulk deformation in a smallscale contact. Application to the nanoindentation interpretation and to the micro-manipulation: dissertation Docteur en Sciences de l'Ingénieur. Université Libre de Bruxelles. Bruxelles, 2008–2009. 160 p.
10. Shu J. Y., Fleck N. A. The prediction of a size effect in micro-indentation // J. Solids Structures. 1998. Vol 35, no. 13. P. 1363–1383.
11. Weichao Guo. On the influence of indenter tip geometry on the identificatiov of material parameters in indentation testing: thesis. Liège: Université de Liège, 2010–2011. 153 p.
12. Nanomechanical Properties of Coarse Grain Alumina Ceramic / R. Chakraborty, A. K. Mukhopadhyay, A. Dey et al. // IE(I) Journal–MM. 2010. Vol. 91. P. 9–14.
13. Analysis of the Indentation Size Effect in the Microhardness Measurements in B6O / Ronald Machaka, Trevor Derry, Iakovos Sigalas, Mathias Herrmann // Journal of the Advances in Materials Science and Engineering. September 2011. P. 140–145.

14. A model for the indentation size effect in polycrystalline alloys coupling intrinsic and extrinsic length scales / Simon P.A., Gill and Christopher J., Campbell // Journal of Materials Research: 28 May 2019. P. 1645–1653.
15. Karaca I., Buyukakkas S. Microhardness: Characterization of Fe- and Co-Based Superalloys // Iran J Sci Technol Trans Sci 43: June 2019. P. 1311–1319.

### References

1. Metallic materials. Vickers hardness test. Part 1: Test method: ISO 6507-2018. Published 10.01. 2018. 38 p.
2. Moshchenok V. I. Novi metodi viznachennya tverdosti materialiv: monografiya. – ed. 2. – Kharkiv: KHNADU, 2013. 324 p. [in Russian].
3. Fedosov S. A., Peshek L. Opredelenie mekhanicheskikh svoistv materialov mikroindentirovaniem. Sovremennye zarubezhnye metodiki. Moskva: Fizicheskii fakul'tet MGU, 2004. 100 s. [in Russian].
4. Choi, In-Suk. Indentation of Plastically Graded Materials: dissertation doctor of Philosophy in Materials Science and Engineering. Massachusetts Institute of Technology. Massachusetts, 2007. 126 p.
5. Micro- and Nanomechanics / Barton C. Prorok, Yong Zhu, Horacio D. Espinosa et al. // Encyclopedia of Nanoscience and Nanotechnology. 2004. Vol. 5. P. 555–600.
6. Steenberge, Nele Van. Study of structural changes of Zr-based bulk metallic glasses upon annealing and deformation treatments: thesis. Barcelona: Universitat Autònoma de Barcelona, 2008. 220 p.
7. Al-Rub Rashid Kamel Abu. Material length scales in gradient-dependent plasticity/damage and size effects: Theory and computation: a dissertation doctor of Philosophy. Louisiana State University and Agricultural and Mechanical College. Louisiana, 2004. 371 p.
8. Pervissian, Pantea. Sub-Micron Indium Pillar Fabrications: thesis. Waterloo: University of Waterloo, 2009. 138 p.
9. Berke, Péter Zoltán. Numerical modeling of the surface and the bulk deformation in a smallscale contact. Application to the nanoindentation interpretation and to the micro-manipulation: dissertation Docteur en Sciences de l'Ingénieur. Université Libre de Bruxelles. Bruxelles, 2008–2009. 160 p.
10. Shu J. Y., Fleck N. A. The prediction of a size effect in micro-indentation // J. Solids Structures. 1998. Vol 35, no. 13. P. 1363–1383.
11. Weichao Guo. On the influence of indenter tip geometry on the identificatiov of material parameters in indentation testing: thesis. Liège: Université de Liège, 2010–2011. 153 p.
12. Nanomechanical Properties of Coarse Grain Alumina Ceramic / R. Chakraborty, A. K. Mukhopadhyay, A. Dey et al. // IE(I) Journal–MM. 2010. Vol. 91. P. 9–14.

13. Analysis of the Indentation Size Effect in the Microhardness Measurements in B6O / Ronald Machaka, Trevor Derry, Iakovos Sigalas, Mathias Herrmann // Journal of the Advances in Materials Science and Engineering. September 2011. P. 140–145.
14. A model for the indentation size effect in polycrystalline alloys coupling intrinsic and extrinsic length scales / Simon P.A., Gill and Christopher J., Campbell // Journal of Materials Research: 28 May 2019. P. 1645–1653.
15. Karaca I., Buyukkakkas S. Microhardness: Characterization of Fe- and Co-Based Superalloys // Iran J Sci Technol Trans Sci 43: June 2019. P. 1311–1319.

**Мощенок Василій Іванович**, к.т.н., професор кафедри технології металів та матеріалознавства, тел.: (+38) 096-359-79-46, e-mail: mvi@khadi.kharkov.ua, Харківський національний автомобільно-дорожній університет, ул. Ярослава Мудрого, 25. м. Харків, 61002, Україна.  
**Мощенок Василь Васильович**, аспірант кафедри технології металів та матеріалознавства, тел.: (+38) 066-268-91-35, e-mail: vmoshenok@gmail.com, Харківський національний автомобільно-дорожній університет, вул. Ярослава Мудрого, 25. м. Харків, 61002, Україна.

#### Indentation size effect when measuring Vickers hardness

**Abstract. Problem.** An important aspect in the study of hardness using the Vickers pyramid is to take into account the indentation size effect. When measuring the hardness by the Vickers method, the applied load is divided by the surface area of the impression. A significant factor influencing the conformity of the hardness measurement results is the indentation size effect. The indentation size effect significantly affects the results of hardness measurements, changing their values by 20–60 %. The widespread use of hardness tests is explained by a number of their advantages over other types of mechanical tests. However, to date there are a number of problems in determining the hardness of metals and alloys, for example, it is believed that the hardness of metals is a constant, but in practice the hardness depends on the load. The indenter indentation into the surface of the material is carried out in each method of determining hardness with different loads. The force of loading on the indenter depends on the properties of the material, the size of the prototype and other experimental factors. In turn, Vickers hardness also depends significantly on the load on the indenter. This phenomenon is called "indentation size

effect". **Goal.** The purpose of the study is to assess the nature of the change in hardness with increasing load on the indenter using the functional dependence of hardness on the depth of indenter insertion. **Methodology.** The study was conducted on three metal samples according to ISO 6507. **Results.** 1. In the study of the dependence of Vickers hardness on the load of samples with 12X18H10T, MA21, БpO5Ц5C5 the direct dimensional effect (indentation size effect) is obviously shown. This indicates that as the load increases during the measurements, the hardness of the materials decreases significantly. 2. In the study of the dependence of Vickers hardness on the load of sample 12X18H10T, it was found that with increasing load from 29N to 196N, the hardness decreases from 252HV29 / 10 to 200HV196 / 10- by 21 %. 3. In the study of the dependence of Vickers hardness on the load of sample MA21, it was found that with increasing load from 24N to 196N, the hardness decreases from 128HV24 / 10 to 69HV196 / 10–47 %. 4. In the study of the dependence of Vickers hardness on the load of sample БpO5Ц5C5, it was found that with increasing load from 19N to 49N, the hardness decreases from 211HV19 / 10 to 85HV49 / 10–60 %. 5. An increase in Vickers hardness values with a decrease in the test load on the indenter should be kept in mind, especially when studying metals and alloys in the micro- and nanoranges. **Originality.** A mathematical dependence of hardness on the load was obtained, which demonstrates a decrease in hardness with increasing load. This dependence is also quantitatively shown on various metal alloys. **Practical value.** The application of the proposed method of studying the dependence of hardness on the load will ensure a more reliable qualitative assessment of metals and their products.

**Key words:** hardness by Vickers, indenter, indenting diagram, indentation size effect.

**Moshchenok Vasyl Ivanovich** PhD, professor, chair of technology of metals and materials technology, tel.: (+38) 096-359-79-46, e-mail: mvi@khadi.kharkov.ua, Kharkiv National Automobile and Highway University, 25, Yaroslava Mudrogo str., Kharkiv, 61002, Ukraine.

**Moshchenok Vasyl Vasilovich**, postgraduate of technology of metals and materials technology, tel.: (+38)066-268-91-35, e-mail: vmoshenok@gmail.com, Kharkiv National Automobile and Highway University, 25, Yaroslava Mudrogo str., Kharkiv, 61002, Ukraine.