

Министерство образования и науки Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования

«САНКТ-ПЕТЕРБУРГСКИЙ ГОРНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

На правах рукописи



УМАНСКИЙ АЛЕКСАНДР СЕРГЕЕВИЧ

**КОНТРОЛЬ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПРОСТРАНСТВЕННО-
АРМИРОВАННЫХ УГЛЕРОД-УГЛЕРОДНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ
МАТЕРИАЛОВ МЕТОДОМ ИНСТРУМЕНТАЛЬНОГО
ИНДЕНТИРОВАНИЯ**

Специальность 05.11.13 – Приборы и методы контроля природной
среды, веществ, материалов и изделий

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Научный руководитель –
заслуженный деятель науки РФ,
доктор технических наук, профессор
Потапов А.И.

Санкт-Петербург – 2018

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	5
Глава 1 Анализ современного состояния методов и средств измерения физико-механических свойств композиционных материалов.	11
1.1 Классификация полимерных композиционных материалов	11
1.2 Особенности строения пространственно-армированных ПКМ	17
1.3 Механические свойства материалов	22
1.4 Особенности измерения механических свойств пространственно-армированных УУКМ	23
1.5 Особенности метода инструментального индентирования	26
1.6 Анализ современного состояния измерительных приборов, реализующих метод инструментального индентирования	27
1.7 Постановка задач исследования	31
Глава 2 Теоретическое и экспериментальное обоснование обеспечения заданной точности измерений физико-механических свойств объемно-армированных углерод-углеродных композиционных материалов методом инструментального индентирования.	33
2.1 Решения Стиллвела, Табора	35
2.2 Метод Булычева, Алехина	36
2.3 Метод Дорнера, Никса	38
2.4 Метод Оливера, Фарра	39

2.5	Анализ контролируемых параметров и источников неопределенности результатов измерений	44
2.5.1	Аппаратные источники неопределенности результатов измерений	45
2.5.2	Методические составляющие неопределенности результатов измерений	48
2.5.3	Влияние физико-механических свойств исследуемых объектов и мешающих параметров	50
2.6	Оборудование и условия эксперимента	54
2.7	Применение стандартизованной методики расчета механических свойств по методу инструментального индентирования для контроля механических свойств пространственно-армированных УУКМ	58
2.7.1	Применение метода инструментального индентирования в диапазоне нагрузок от 10 до 200 мН	58
2.7.2	Применение метода инструментального индентирования в диапазоне нагрузок от 30 до 200 г	64
	Выводы к главе 2	67
	Глава 3 Расчетно-теоретическое обоснование применения плоского индентора для контроля стержней пространственно-армированных УУКМ	69
3.1	Теоретическое обоснование применения индентора с плоской вершиной	69
3.2	Расчетно-теоретическая модель взаимодействия плоского индентора со стержнем в структуре УУКМ	74
	Выводы к главе 3	88

Глава 4 Экспериментальное обоснование применения плоского индентора для контроля стержней пространственно-армированных УУКМ	90
4.1 Экспериментальное исследование стержней оси Z	90
4.2 Экспериментальное исследование стержней оси Z УУКМ, произведенных с нарушением технологии	93
Выводы к главе 4	97
Глава 5 Методика контроля продольного модуля упругости стержней пространственно-армированных УУКМ	99
5.1 Поэлементная калибровка измерительной установки	99
5.2 Подготовка образцов	107
5.3 Расчет расширенной неопределенности результатов измерений	109
5.3.1 Метод 1	109
5.3.2 Метод 2	111
5.4 Экспериментальные результаты исследования продольного модуля упругости армирующих стержней пространственно-армированных УУКМ индентором с плоской вершиной	113
Выводы к главе 5	114
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	116
Список литературы	117
Приложение А	126
Приложение Б	127

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность проблемы. Научно технический прогресс в областях, связанных с эксплуатацией техники в экстремальных условиях способствовал распространению практики применения изделий из полимерных композиционных материалов, эксплуатационные и технологические свойства которых обеспечиваются путем подбора состава и свойств наполнителя и матрицы. Новейшим этапом в развитии полимерных конструкционных материалов стала разработка многомерных структур, в качестве наполнителя в которых используются структура из стержней, сформированных из углеродных нитей и уложенных согласно схеме армирования в нескольких направлениях. Введение стержней в нескольких направлениях армирования позволяет распределять напряжения в элементах конструкций, что, в свою очередь, дает возможность оптимизации структуры материала и варьировать его физико-механические свойства в широком диапазоне. В данной работе рассматриваются пространственно-армированные композиционные материалы с многомерной структурой углеродных армирующих стержней заполненных углеродной матрицей.

Учитывая высокую ответственность изделий из пространственно-армированных углерод-углеродных композиционных материалов (УУКМ) особую актуальность приобретают вопросы контроля их качества. При этом требуемые физико-механические и эксплуатационные характеристики изделий должны быть достоверно подтверждены результатами объективного контроля.

Особенностью пространственно-армированных УУКМ является то, что при их проектировании и прочностных расчетах используются характеристики упругих свойств (в частности, модуль упругости) компонентов, значения которых определяются либо косвенными методами, либо путем верификации расчетных моделей на экспериментальных данных. Вместе с тем, в реальных изделиях в зависимости от технологии их изготовления, указанные характеристики могут отличаться от заданных. Упругие свойства УУКМ зависят от четырех характеристик: продольного E_{11} и поперечного E_{12} модулей упругости, модуля

продольного сдвига G_{12} стержней и модуля упругости E_m матрицы. Для подтверждения соответствия упругих (механических) характеристик компонентов (стержней) УУКМ в готовых изделиях требованиям конструкторской документации необходимо определять эти характеристики методами неразрушающего контроля.

В связи с особенностью структуры исследуемого материала и малыми линейными размерами компонентов пространственно-армированных УУКМ (диаметр армирующего стержня $\sim 0,5 \div 0,7$ мм) для определения модуля упругости предложено использовать метод инструментального индентирования, который позволяет проводить измерения в области микро- и нанометровых механических деформаций без оценки восстановленного отпечатка оптическими методами, что позволяет контролировать свойства материалов с высокой степенью упругого восстановления. В основе метода инструментального индентирования лежит непрерывная регистрация значений нагрузки и внедрения индентора в ходе процесса индентирования. На основе первичных данных строится диаграмма нагрузка – внедрение, которая после анализируется для расчета значений твердости и модуля упругости материалов.

Существенный вклад в развитие контактной механики и методик, используемых в методе инструментального индентирования внесли такие ученые и специалисты как Г.М. Фарр, В.С. Оливер, Н.А. Стиллвел, И. Снеддон, Д. Табор, В.П. Алехин, С.И. Булычев, М. Х. Шорошов, В. Д. Никс, М.Ф. Дорнер, Ю.И. Головин.

Единство измерений твердости и модуля упругости по методу инструментального индентирования обеспечивается Государственным первичным эталоном по шкалам Мартенса и шкалам индентирования ГЭТ 211-2012, Государственной поверочной схемой для средств измерений твердости по шкалам Мартенса и шкалам индентирования ГОСТ Р 8.907-2015, а также ГОСТ Р 8.748-2011, ГОСТ Р 8.904-2015.

Несмотря на развитие метода инструментального индентирования, его метрологического обеспечения и приборов, реализующих данный метод, тема контроля механических свойств пространственно-армированных УУКМ является недостаточно освещенной. Регламентируемые стандартами методики расчета значений твердости и модуля упругости решены для случая индентирования индентора, описываемого как тело вращения гладкой функции, в однородное упругое полупространство. Применение этих методик для расчета механических свойств пространственно-армированных УУКМ может влиять на достоверность полученных в ходе контроля значений твердости и модуля упругости.

На основании этого можно сделать вывод, что задача обеспечения требуемой неопределенности результатов измерений механических свойств при контроле пространственно-армированных УУКМ методом инструментального индентирования является актуальной.

Цель работы: разработка методики контроля локальных механических свойств пространственно-армированных углерод-углеродных композиционных материалов.

Задачи исследований:

1. Проанализировать существующие расчетные методики и программно-аппаратные средства твердомеров по методу инструментального индентирования;
2. Теоретически обосновать рациональность использования метода инструментального индентирования для решения задачи индентирования в стержни пространственно-армированных УУКМ и провести анализ контролируемых и мешающих параметров;
3. Разработать математическую модель, описывающую контактную задачу внедрения индентора в армирующий стержень УУКМ и анализ упруго-пластических свойств УУКМ;
4. Провести экспериментальное исследование процесса индентирования армирующих стержней УУКМ, произведенных с соблюдением технологического процесса и с нарушением технологического процесса;

5. Разработать методику контроля локальных механических свойств пространственно-армированных УУКМ.

Идея работы: применение инденторов с плоской вершиной для контроля продольного модуля упругости стержней пространственно-армированных углерод-углеродных композиционных материалов позволяет учесть влияние особенностей структуры стержня при проведении измерения, а также реализовать корректную с точки зрения решаемой задачи схему нагружения.

Достоверность результатов диссертационной работы базируется на строгих теоретических подходах, теоретически и экспериментально обоснованных физико-математических моделях, используемых при расчетах измеряемых величин, большом объеме экспериментальных данных, полученных в ведущих промышленных предприятиях и вузах.

Научная новизна работы:

1. Впервые выполнены экспериментальные исследования и теоретический анализ процесса взаимодействия армирующих стержней в структуре пространственно-армированных УУКМ с индентором Берковича и индентором с плоской вершиной, позволившие предложить новую схему измерения механических свойств методом инструментального индентирования.

2. Разработаны математическая модель, описывающая контактную задачу внедрения индентора в армирующий стержень УУКМ, и численная модель упруго-пластического поведения УУКМ при индентировании, отличающиеся тем, что в них использован индентор с плоской вершиной.

3. Разработана и экспериментально обоснована процедура измерения продольного модуля упругости стержней пространственно-армированных УУКМ в структуре материала методом инструментального индентирования с использованием плоского индентора, позволяющая учитывать неоднородность и анизотропию стержня, а также реализовать корректную с точки зрения решаемой задачи схему нагружения.

4. По результатам теоретического и экспериментального анализа разработана методика технологического контроля качества пространственно-армированных УУКМ, основанная на измерении локальных механических свойств армирующих стержней в структуре композитного материала.

Основные положения, выносимые на защиту:

1. Использование инденторов с плоской вершиной для измерения механических свойств стержней пространственно-армированных углерод-углеродных композиционных материалов методом инструментального индентирования позволяет учесть влияние особенностей структуры стержня, а также реализовать корректную с точки зрения решаемой задачи схему нагружения.

2. Предложенная схема измерения и описывающая ее математическая модель взаимодействия индентора с плоской вершиной и контролируемым материалом позволяют измерять продольный модуль упругости стержня методом инструментального индентирования.

3. Разработанная методика измерения продольного модуля упругости стержней пространственно-армированных УУКМ, основанная на применении индентора с плоской вершиной и предложенных математических и численных моделях, позволяет контролировать механические свойства армирующих стержней и их взаимодействие с матрицей и может быть использована для технологического контроля изделий из пространственно-армированных УУКМ.

Практическая ценность результатов диссертационной работы заключается в разработке и апробации:

1. Теоретической и расчетной модели измерения продольного модуля упругости стержней пространственно-армированных УУКМ методом инструментального индентирования с использованием индентора с плоской вершиной.

2. Алгоритмов поэлементной калибровки измерительной установки и оценки расширенной неопределенности результатов измерений.

3. Методики измерения продольного модуля упругости стержней пространственно-армированных УУКМ.

Реализация (внедрение) результатов работы. Результаты диссертационной работы использованы при разработке и производстве микро/нанотвердомеров серии «Константа-МНТ». Разработанные методики используются в ведущих производственных и научно-исследовательских организациях России, таких как ООО «КОНСТАНТА», учреждение науки ИКЦ СЭКТ.

Личный вклад автора в работу заключается в постановке целей и задач теоретических и экспериментальных исследований, формулировке научных положений, непосредственном участии в проведении экспериментов, интерпретации полученных результатов и создании на их основе методики измерения продольного модуля упругости стержней пространственно-армированных углерод-углеродных композиционных материалов и методики технологического контроля изделий из пространственно-армированных УУКМ.

Апробация работы. Основные результаты диссертационной работы доложены на 1-й дистанционной научно-технической конференции НККМ-2014 «Приборы и методы неразрушающего контроля качества изделий и конструкций из композиционных и неоднородных материалов», (г. Санкт-Петербург, 2014), III-й Международной научно-практической конференции «Инновации на транспорте и в машиностроении» (г. Санкт-Петербург, 2015г.), IV-й Международной научно-практической конференции «Инновации на транспорте и в машиностроении» (г. Санкт-Петербург, 2016г.), XXI-й Всероссийской конференции по неразрушающему контролю и технической диагностике (г. Москва, 2017 г.).

Публикации. По теме диссертации опубликовано 8 печатных работ, 3 из них – в рецензируемых журналах, входящих в перечень ВАК.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, пяти глав и заключения. Общий объем диссертации: 127 страниц печатного текста и список используемых источников из 89 наименований. В основной состав диссертации входят 8 таблиц и 52 рисунка.

Глава 1 Анализ современного состояния методов и средств измерения физико-механических свойств композиционных материалов.

1.1 Классификация полимерных композиционных материалов

Развитие научно технического прогресса в областях, связанных с эксплуатацией техники в экстремальных условиях, в последние годы способствовало распространению практики применения изделий из композиционных материалов, эксплуатационные и технологические свойства которых обеспечиваются путем подбора состава и свойств наполнителя и матрицы в целях создания материалов с новыми заданными свойствами и характеристиками, отличными от свойств исходных компонентов матрицы и наполнителя. Особое развитие в различных отраслях промышленности получили полимерные композиционные материалы, в которых хотя бы одна из фаз является органическим полимером.

В настоящее время крупнейшей областью применения ПКМ остается аэрокосмическая техника, доля которой в общем потреблении ПКМ составляет более 60%. Высокий процент потребления ПКМ отраслью обусловлен широким применением различных видов ПКМ в силовых конструкциях и оснастке самолетов и ракет. Высокие значения эксплуатационных характеристик и особенности строения и физико-механических свойств таких ПКМ способствуют распространению данных материалов в электротехнике, радиоэлектронике, приборостроении, а так же при изготовлении емкостей и труб, в судостроении и транспортном машиностроении.

Полимерные композиционные материалы согласно ГОСТ Р 50579-93 можно классифицировать по следующим признакам[1]:

- количеству компонентов основного материала и армирующих наполнителей;
- природе материала компонентов;
- форме компонентов;
- структуре;

- способу изготовления.

По количеству компонентов ПКМ подразделяются на:

- двухкомпонентные;
- поликомпонентные.

По природе основного материала ПКМ подразделяются на:

- термопластичные;
- термореактивные;
- термоэластопласты.

По природе материала армирующих наполнителей ПКМ подразделяются на:

- органические;
- неорганические;
- комбинированные.

По форме армирующих компонентов ПКМ подразделяются на:

- микроформные;
- волокнистые;
- пластинчатые;
- комбинированные.

Микроформные ПКМ подразделяются на:

- порошковые;
- гранульные;
- микросферные.
- Волокнистые ПКМ подразделяются на:
 - моноволоконные;
 - жгутовые;
 - тканевые;
 - нетканые;
 - трикотажные.

По структуре ПКМ подразделяются на:

- слоистые;

- армированные.

Слоистые ПКМ подразделяются на:

- однослойные;
- многослойные.

Армированные ПКМ подразделяются на:

- однонаправленно-армированные;
- пространственно-армированные;
- хаотически-армированные.

По способу изготовления ПКМ подразделяются на:

- пропитанные;
- прессованные;
- литые;
- спеченные;
- напыленные;
- формованные;
- штампованные;
- намотанные;
- экструдированные;
- пултродированные;
- комбинированные.

Схематическое изображение классификации ПКМ представлено на рисунке 1 и рисунке 2.

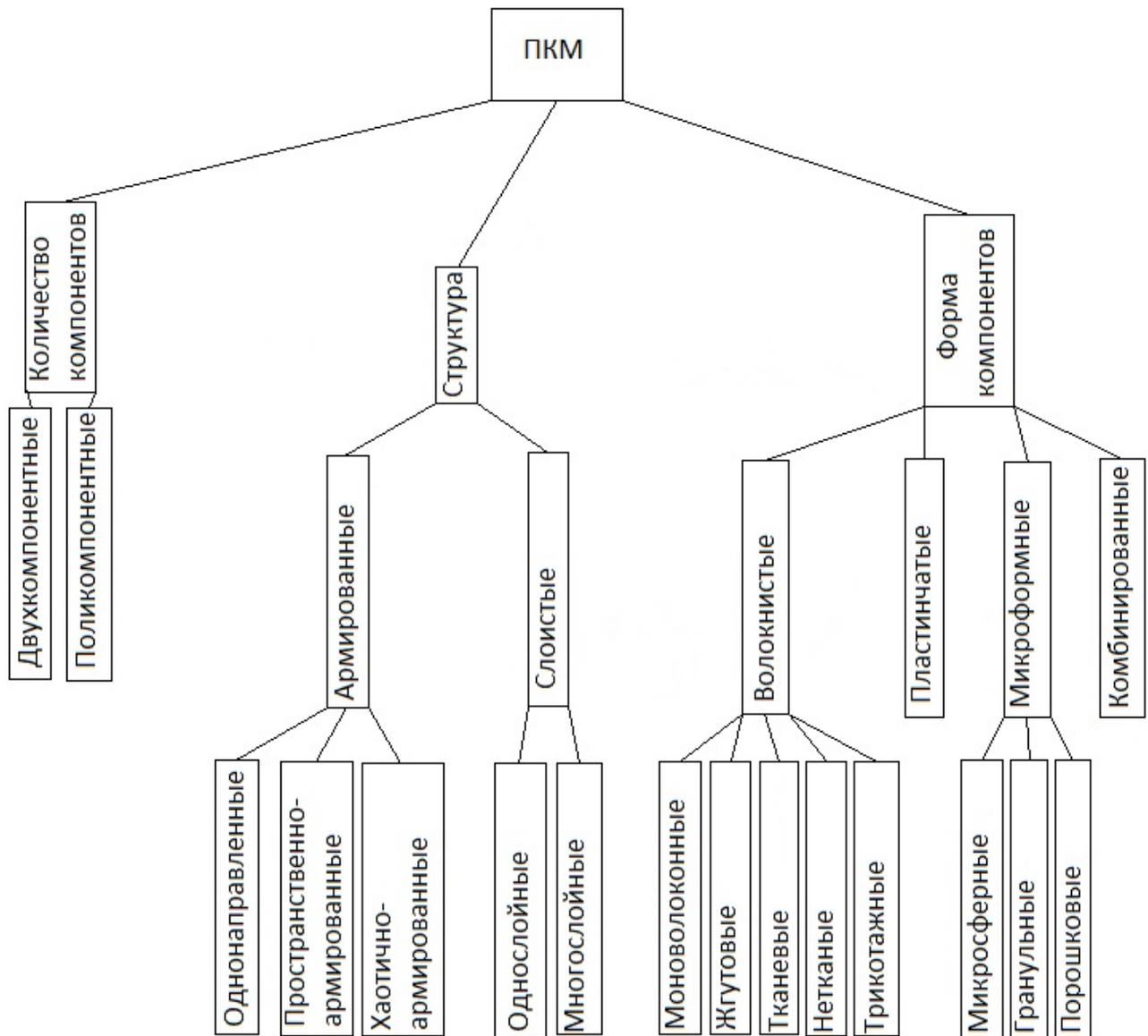


Рисунок 1 – Классификация ПКМ по количеству компонентов, структуре и форме компонентов

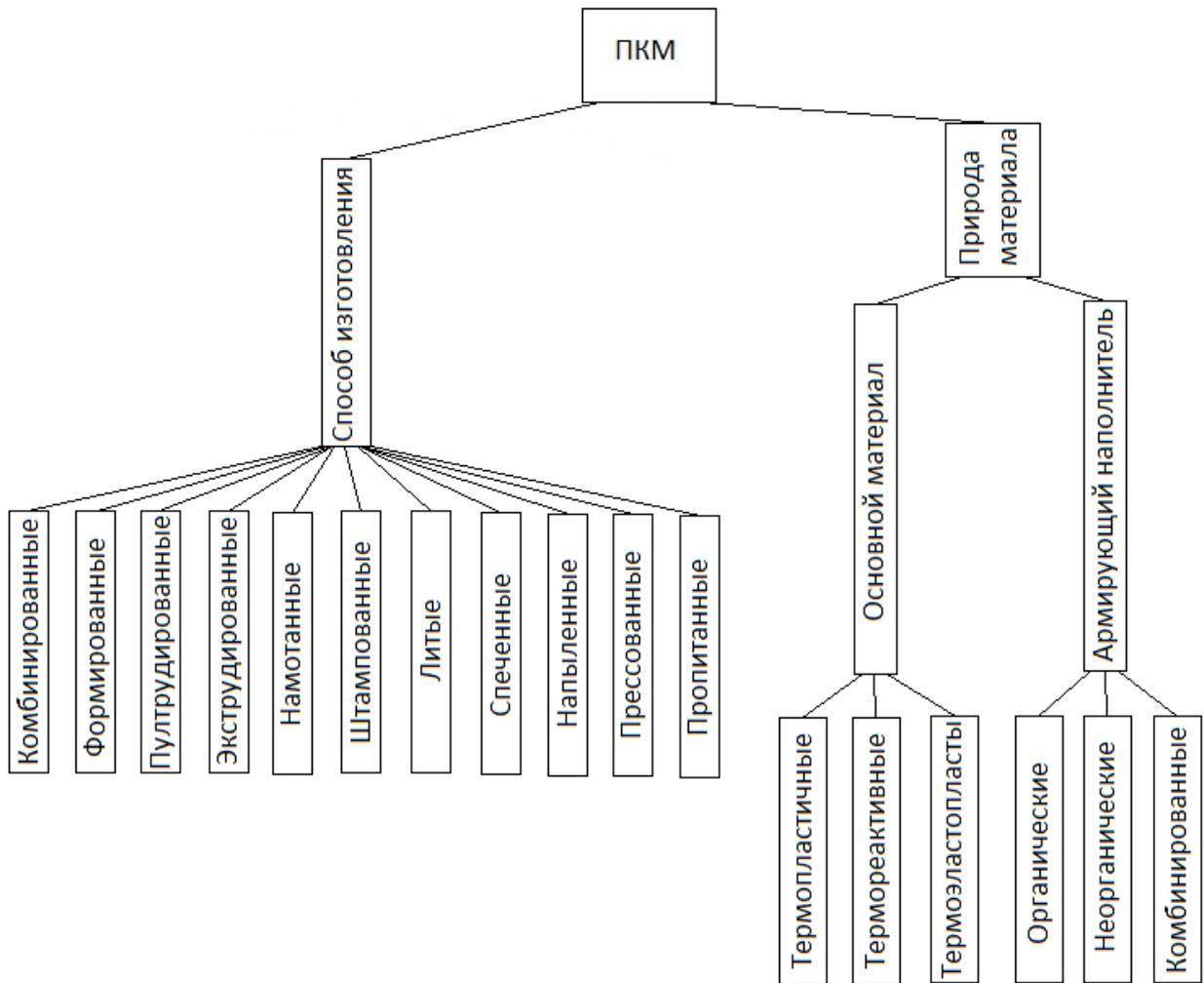


Рисунок 2 – Классификация ПКМ по способу изготовления и природе материала

Новым этапом в развитии ПКМ стало распространение многонаправленного пространственного армирования, в основе которого лежит практика введения нескольких направлений армирования в структуру ПКМ. Как правило, в таких случаях армирующие волокна ориентируются в трех, четырех и более направлениях.

Пространственно-армированные ПКМ, как правило, можно разделить по типу матрицы на [2]:

- ПКМ с термореактивной матрицей;
- ПКМ с термопластичной матрицей;
- ПКМ с гибридной матрицей.

По способу образования пространственных связей в наполнителе выделяют три группы армированных ПКМ, пространственные связи в которых образуются с помощью [3]:

- Искривления волокон одной из осей армирования (традиционная система двух нитей);
- Введения армирующих волокон третьего направления;
- Введения армирующей системы n - нитей.

По принципу построения структуры разделяют наполнители [4]:

- Усиленные между слоями двухмерные наполнители;
- Трех и n -мерные наполнители.

Отдельно можно выделить метод упрочнения двухмерных ПКМ с применением дополнительного введения в объем наполнителя или матрицы дискретных волокон, или нитевидных кристаллов в направлении толщины пакета [5].

В зависимости от способа изготовления трех и n -мерного наполнителя разделяют структуры, получаемые стандартными способами изготовления текстиля [6-7]:

- Ткачеством;
- Плетением;
- Вязанием.

Отдельно можно выделить группу наполнителей, получаемых при ортогональном пересечении трех прямолинейных нитей (метод получения 3D ортогональных нетканых наполнителей англ. «noobed») [8-9]. Данная структура является наиболее близкой к структуре многомерных пространственно-армированных полимерных композиционных материалов, рассматриваемых в данной диссертационной работе.

К подклассу пространственно-армированных полимерных композиционных материалов можно так же отнести материалы с наполнением дискретными волокнами, имеющие отличные от рассматриваемых в работе пространственно-

армированных ПКМ особенности физико-механических свойств и методов формирования [10-16].

Новейшим этапом в развитии идеи многонаправленного армирования ПКМ стала разработка многомерных структур, в качестве наполнителя в которых используются структура из стержней, сформированных из углеродных нитей и уложенных согласно схеме армирования в нескольких направлениях. Введение стержней в нескольких направлениях армирования позволяет распределять напряжения в элементах конструкций, что, в свою очередь, дает возможность оптимизации структуры материала и варьировать его физико-механические свойства в широком диапазоне. Изделия из материалов подобной структуры способны работать при экстремально высоких и низких температурах, в агрессивных средах и т.д.

1.2 Особенности строения пространственно-армированных ПКМ

Структура рассматриваемых в данной работе пространственно-армированных углерод-углеродных композиционных материалов представляет собой гетерофазную систему, состоящую из армирующих компонентов и углеродной матрицы. Матрица УУКМ связывает армирующие элементы и позволяет материалу лучше воспринимать внешние нагрузки. Она перераспределяет нагрузку между армирующими компонентами, обеспечивая их совместную работу. Использование углеродных армирующих стержней вместе с углеродной матрицей позволяет сохранить свойства материала при длительном хранении, обеспечить устойчивость к воздействию высоких температур и агрессивных сред, радиационную и эрозионную стойкость, высокие коэффициент трения материала, электрические и тепловые свойства.

Армирующие компоненты представляют из себя стержни диаметром $\approx 0,5 \dots 0,7$ мм, которые в свою очередь состоят из углеродных волокон (филаментов). Филаменты представляют собой углеродные нити, диаметром 5-6 мкм. В соответствии со схемой армирования стержни могут укладываться в нескольких направлениях, В качестве примера рассмотрим структуру с четырьмя направлениями армирования, три из которых x_1 , x_2 , x_3 лежат в одной плоскости

под углом 60° , а четвертое направление z расположено в перпендикулярной плоскости.

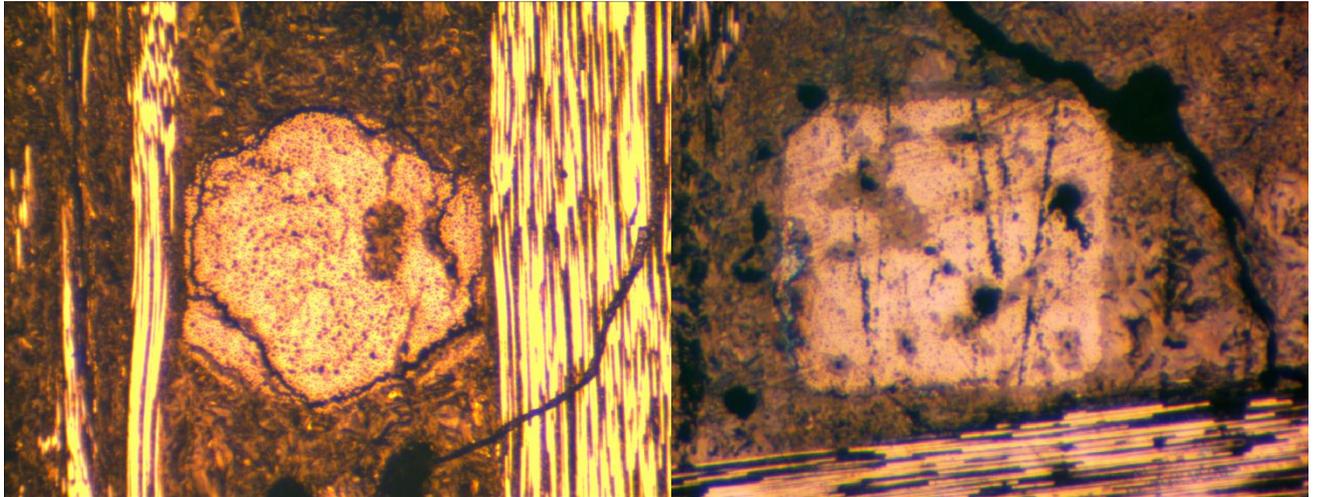


Рисунок 3 – Снимки поперечных срезов армирующих стержней

Если ось армирования Z совместить с осью Z в ортогональной системе координат, то три оставшиеся оси армирования (X_1 , X_2 , X_3) будут лежать в плоскости XU .

Для однозначного представления осей армирования и понимания их направлений в материале примем следующие обозначения:

X_1 – ось армирования, лежащая в плоскости XU ортогональной системы координат, совмещенная с осью X этой системы;

X_2 – ось армирования, лежащая в плоскости XU ортогональной системы координат, повернутая на угол 60° относительно оси X этой системы. Осью поворота является ось Z ;

X_3 – ось армирования, лежащая в плоскости XU ортогональной системы координат, повернутая на угол (-60°) относительно оси X этой системы. Осью поворота является ось Z ;

Z – ось армирования, совпадающая с осью Z ортогональной системы координат.

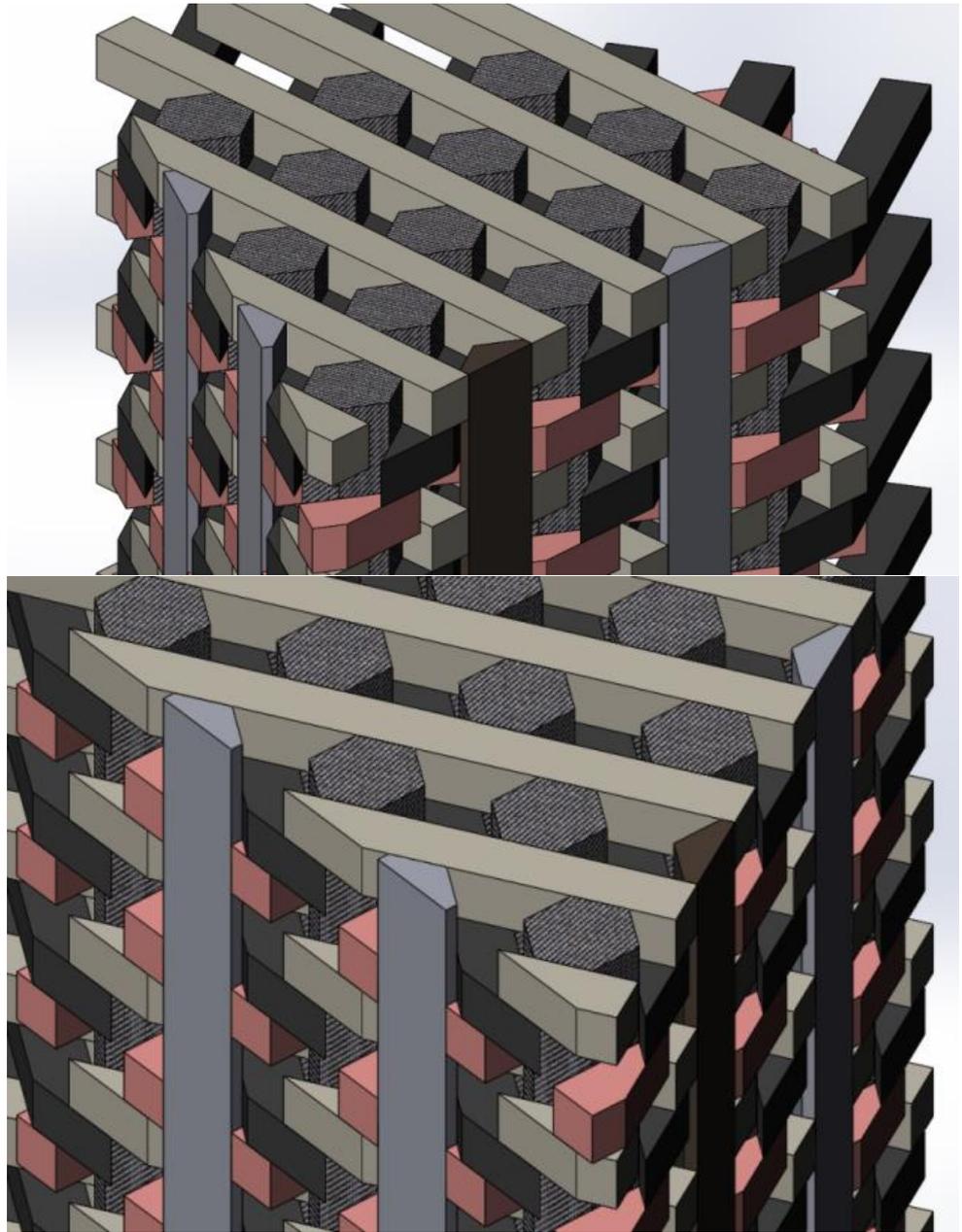


Рисунок 4 – трехмерное изображение структуры пространственно-армированного УУКМ с четырьмя осями армирования

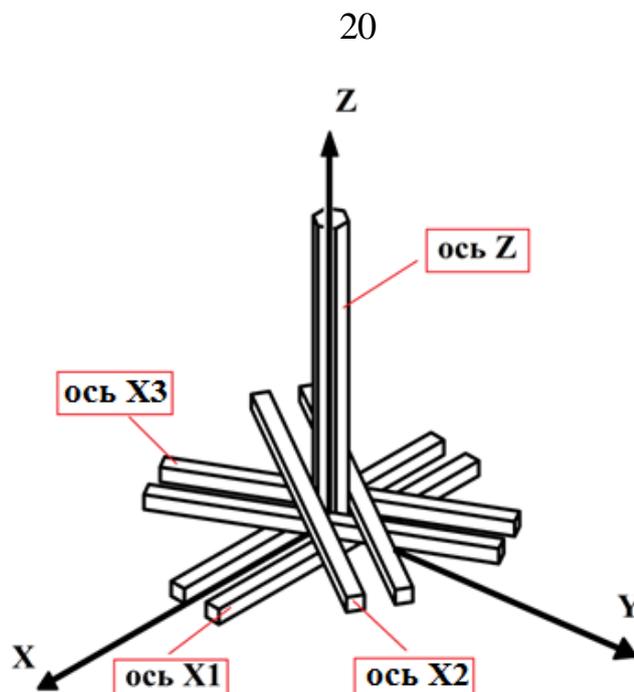


Рисунок 5 – Схема расположения осей армирования относительно ортогональной системы координат

Армирующая структура ПКМ заполнена матрицей, которая связывает армирующие элементы, перераспределяет нагрузку между армирующими компонентами, обеспечивая их совместную работу и позволяет материалу наилучшим образом воспринимать внешние нагрузки.

Использование углеродных армирующих стержней вместе с углеродной матрицей обеспечивает работоспособность изделия в условиях высоких нагрузок в плоскости армирования, поперечного отрыва, сдвига и увеличения прочностных и упругих характеристик, повышение ударной вязкости.

В качестве матрицы УУКМ зачастую применяют пироуглерод, стеклоуглерод, кокс каменноугольного и нефтяного пеков. В рассматриваемом случае в качестве исходного материала для получения углеродного кокса используется нефтяной пек.

Преимуществами матрицы на основе нефтяного пека являются:

- доступность и низкая стоимость;
- хорошая графитируемость кокса;
- высокая плотность кокса;
- отсутствие в технологическом процессе растворителя.

В виду того, что состав пеков неоднороден и представляет из себя сложную комбинацию отдельных органических соединений, на этапе их карбонизации происходит образование значительной пористости в образце. К недостаткам пеков так же относят термопластичность, которая может приводить к смещению матрицы (связующего) в процессе термообработки и деформации готового изделия, и наличие в составе канцерогенных соединений, повышающих требования к безопасности [17].

Технология получения пространственно-армированных УУКМ включает следующие этапы:

1. Подготовка сырья и исходных компонентов.
2. Изготовление и укладка стержней в армирующую структуру согласно схеме армирования.
3. Термообработка связующего для перевода в жидкокристаллическое состояние.
4. Пропитка армирующего каркаса связующим в автоклаве при невысоком давлении (≤ 3 МПа) и в специальных установках при высоком давлении (сотни МПа) и температуре 250-300 °С.
5. Карбонизация пропитанных заготовок при температуре ≤ 1200 °С, обеспечивающая переход матрицы твердую углеродную форму (кокс).
6. Графитация при более высоких температурах (до 2800 °С).

В следствии особенностей строения материала и технологии производства, в структуре УУКМ может присутствовать ряд дефектов, оказывающих значительное влияние при контроле физико-механических свойств. К таким дефектам относят:

- трещины с раскрытием 10-20 мкм;
- протяженные несплошности, заполненные коксом;
- трещины в мезофазе на границе «стержень-матрица»;
- поры в коксе, заполнившим протяженные несплошности в стержне, размер которых составляет ≈ 100 мкм.

В настоящее время наиболее сложной и наименее проработанной задачей является измерение локальных физико-механических свойств изделий из пространственно-армированных УУКМ. Данные о локальных механических свойствах стержней различных осей армирования пространственно-армированных УУКМ необходимы для построения структурных моделей материалов, прочностных расчетов и математического моделирования изделий и конструкций из УУКМ, что делает данную задачу одной из приоритетных.

1.3 Механические свойства материалов

Под термином механические свойства, понимают свойства твердых тел, которые характеризуют их отклик при механической деформации. В процессе деформации твердого тела находящиеся в узлах кристаллической решетки частицы смещаются относительно своего положения равновесия. В процессе деформации силы взаимодействия между частицами тела сопротивляются смещению относительно своего устойчивого состояния, сохраняя расстояние между узлами кристаллической решетки и препятствуя деформации.

Значение деформации, которая возникает после приложения силы к изделию характеризует его механические свойства. Материал в свою очередь характеризуется напряжением – относительной деформацией на единицу длины под воздействием прикладываемой силы на единицу площади. Соотношение между напряжением и деформацией является одной из основных характеристик механических свойств материала.

Величины, характеризующие механические свойства твердых тел разделяют на две категории, к первой из которых относят величины, имеющие размерность и характеризующие упруго-пластические свойства материала, например: коэффициент Пуассона, модуль упругости сжатия, модуль упругости растяжения, предел прочности, предел текучести и т.д. Существует множество независимых методов измерения данных свойств, однако измеряемые значения зависят от процедуры испытаний и способа воздействия на испытуемый образец. Таким образом данные величины не являются однозначными константами испытуемого образца.

Во вторую категорию входят безразмерные величины, характеризующие поведение испытуемого образца в условиях, установленных стандартами на метод измерений или испытаний. К таким величинам можно отнести трещиностойкость, твердость, износостойкость и т.п.

Физические величины первой категории используются при математическом моделировании изделий как действительные свойства материала, величины второй категории, как правило, применяются в целях технологического контроля изделий.

Модули упругости E (Модуль Юнга) и G (модуль сдвига) являются основными параметрами, которые описывают упруго-пластическое поведение материалов и характеризуют способность материала упруго деформироваться при приложении к нему силы. Модуль упругости E характеризует сопротивление изделия или материала нормальному растяжению, сжатию и изгибу. Сопротивление изделия касательным напряжениям (например, кручение) характеризует модуль сдвига G . Таким образом, чем больше модули упругости и круче участок упругих деформаций на диаграмме, тем больше жесткость изделия.

1.4 Особенности измерения механических свойств пространственно-армированных УУКМ

Модуль упругости пространственно-армированных УУКМ зависят от четырех характеристик: продольного E_{11} и поперечного E_{12} модулей упругости, модуля продольного сдвига G_{12} стержней и модуля упругости E_m матрицы [18].

Высокая анизотропия механических свойств армированных УУКМ обусловлена различной ориентацией стержней и позволяет распределять напряжения в элементах конструкций, что, в свою очередь, дает возможность оптимизации структуры материала и варьировать его физико-механические свойства в широком диапазоне.

Механические свойства пространственно-армированных УУКМ определяются не только свойствами армирующих стержней, и свойствами связующего, но и зависят от степени адгезионного взаимодействия связующего (матрицы) с неоднородной поверхностью армирующих стержней (наполнителя) и

волокон в них, от которой в свою очередь зависят напряжения, которые передает матрица на армирующий наполнитель.

В настоящее время наиболее сложной и наименее проработанной задачей является измерение локальных физико-механических свойств изделий из пространственно-армированных УУКМ. Учитывая высокую ответственность изделий из УУКМ, вопросы контроля их качества приобретают особую актуальность. При этом требуемые физико-механические и эксплуатационные характеристики изделий должны быть достоверно подтверждены результатами объективного контроля.

На сегодняшний день основным методом определения механических свойств изделий из УУКМ являются определение прочности при сжатии, растяжении образцов, позволяющие определить оптимальные параметры техпроцесса при производстве композита для достижения необходимых прочностных характеристик изделий. Однако данный метод является разрушающим и не позволяет определить модули упругости отдельных компонентов композита: армирующих стержней по осям и наполнителя в готовом изделии. В целях определения свойств компонентов пространственно-армированных УУКМ используется методика, заключающаяся в получении упругих свойств компонентов УУКМ путем верификации расчетных моделей на основе экспериментальных данных [18-20].

Для определения механических свойств стержней пространственно-армированных УУКМ может использоваться так же метод, сущность которого заключается в возбуждении импульсов ультразвуковых колебаний в исследуемом образце, и фиксации импульсов ультразвуковых колебаний приемным преобразователем, установленным на заданном расстоянии от излучающего преобразователя [21]. Измеряя скорость звука в стержне, зная его плотность ρ и длину можно определить модуль упругости, так как значение модуля упругости материала определяет характер распространения упругих волн в нем, из соотношения:

$$E = \rho \cdot C^2 \quad (1)$$

где ρ – плотность материала; C – скорость продольных ультразвуковых волн в волокне.

Однако, полученные таким способом значения модуля упругости E стержней УУКМ характеризуют только свойства армирующих стержней вне структуры УУКМ.

В качестве метода определения механических свойств компонентов УУКМ используется также метод динамического индентирования, заключающийся в фиксации скорости падения и отскока ударника с индентором и последующем расчете значений твердости и модуля упругости [22-25]. В недавнее время был стандартизирован на территории Российской Федерации. Однако, в качестве расчетной методики динамического взаимодействия ударника с поверхностью образца используется методика, рассчитанная для случая статического нагружения осесимметричного индентора в упругое полупространство [26]. К тому же, методически не определены способы фиксации точки отрыва ударника от поверхности образца и области кривой разгрузки к которой строится касательная. Некорректное определение точки отрыва ударника ведет к увеличению неопределенности определения глубины внедрения и величины пластической деформации. Некорректное же определение точки из которой строится касательная к кривой разгрузки будет существенно влиять на измеренные значения продольного модуля упругости.

Таким образом, перечисленные методы не позволяют определить локальные механические свойства отдельных компонентов пространственно-армированных УУКМ, и задача их определения по-прежнему остается актуальной. В реальном изделии, в связи с особенностями технологического процесса производства и особенностями строения пространственно-армированных УУКМ, механические свойства армирующей структуры и наполнителя могут отличаться от полученных при математическом моделировании и заложенных при проектировании и прочностных расчетах, что, в свою очередь, обуславливает необходимость

технологического контроля и сличения расчетных значений со значениями, полученными экспериментально неразрушающими методами.

С учетом поставленной задачи локального контроля механических свойств стержней осей армирования УУКМ, а так же в связи с геометрическими размерами компонентов и особенностями их строения, наиболее перспективным методом определения модуля упругости является метод инструментального индентирования.

1.5 Особенности метода инструментального индентирования

В основе метода инструментального индентирования лежит непрерывная регистрация значений нагрузки и внедрения индентора в ходе процесса индентирования. На основе первичных данных строится диаграмма нагрузка – внедрение, которая после анализируется для расчета значений твердости по шкалам Мартенса и шкалам индентирования и модуля упругости материалов в диапазоне глубин индентирования от десятков нанометров до десятков микрон и диапазоне нагрузок от единиц микроныютон до единиц ньютон [27]. С помощью анализа кривой нагрузка – деформация так же могут быть рассчитаны ползучесть материала под нагрузкой от времени, коэффициент упругого восстановления, работа деформации, полная работа процесса индентирования и другие параметры.

Высокая локальность и точность измерений является основным преимуществом метода инструментального индентирования и позволяет осуществить индентирование с точностью позиционирования до нескольких микрон, а так же расчет значений твердости и модуля упругости без оптической оценки восстановленного отпечатка, что является особенно критичным для полимерных материалов, обладающих высокой степенью упругого восстановления.

1.6 Анализ современного состояния измерительных приборов, реализующих метод инструментального индентирования

В настоящее время в результате развития точной электроники и механики на рынке существует множество измерительных комплексов (твердомеров) по методу инструментального индентирования. Такие твердомеры представляют собой сложные лабораторные комплексы, состоящими из испытательной установки, реализующей получение первичных данных нагрузки и деформации и программного обеспечения, осуществляющего управление установкой и процессом индентирования, а так же построение зависимостей нагрузка-деформация и расчет полученной зависимости по методу Оливера – Фарра, согласно стандартам [27-34]. Как правило, твердомеры по методу инструментального индентирования реализуют так же методы склерометрии, испытания на износ трением, а ряд моделей совмещают в себе возможности сканирующих зондовых микроскопов.

Конструкция твердомеров по методу инструментального индентирования (Рисунок б) представляет из себя комплекс, состоящий из:

- станины (несущей рамы);
- предметного столика с линейными трансляторами для перемещения по осям X, Y;
- оптической системы для фиксации области индентирования и выбора области, в которой будут проводиться измерения, оптическая система, как правило, расположена совместно с датчиком усилий и перемещения на линейном трансляторе перемещений по оси Z.

Управление системой осуществляется с помощью блока электроники, управление твердомером и расчет первичных данных осуществляется на промышленном персональном компьютере в специализированном программном обеспечении.



Рисунок 6 – пример конструкции твердомера по методу инструментального индентирования

В настоящее время на рынке представлено множество твердомеров, реализующих метод инструментального индентирования, в разной степени упоминаемых в научных статьях и представленных в научных лабораториях. Основными фирмами, производящими такие измерительные комплексы являются: Fischer Messtechnik, Micro Materials (Великобритания), Keysight (США), Micro Photonics Inc. (США), Hysitron (США), CSM Instruments (Швейцария). На Российском рынке в настоящее время представлены твердомеры по методу инструментального индентирования компаний Константа (Константа-МНТ) и Nanoscan.

Не смотря на некоторую схожесть общих элементов конструкций твердомеров, главным их отличием является принцип действия и конструкция измерительной системы (датчиков):

- **Hysitron** – в приборах данной компании используются емкостные преобразователи, в которых испытательная нагрузка, которая прикладывается к индентору задается электростатической силой, а значения перемещения фиксируется емкостным первичным преобразователем [35].
- **CSM Instruments** – в приборах данной компании используются датчики на основе электромагнитных актюаторов, нагрузка в которых прикладывается под воздействием электромагнитного поля. Для фиксации значений вертикального перемещения индентора используется емкостной преобразователь. Аналогичное решение на основе электромагнитного актюатора используют в твердомерах компании **Keysight**. Применяемые данными производителями измерительные преобразователи отличаются расположением емкостного преобразователя, магнитной системы, и пластинчатых пружин, которые обеспечивают статичное вертикальное положение штока с индентором [36-37].
- **Asylum Research** – в приборах данной компании используется преобразователь на основе пьезоактюаторов, которые сообщают перемещение системе с упругим элементом. Положение упругого элемента фиксируется системой регистрации перемещений на основе свето/фотодиодов в ходе процесса нагружения/разгрузки, а прикладываемая к индентору нагрузка рассчитывается из известных жесткости упругого элемента и измеренного значения измеряемых значений перемещения [38]. Похожая конструкция используется в приборах фирмы **Nanoscan** [39].

- **Nanovea** – в приборах данной компании нагрузка системе сообщается с помощью пьезоактюатора, перемещение которого регистрируется ультра-чувствительным динамометром и кольцевым конденсатором [40].

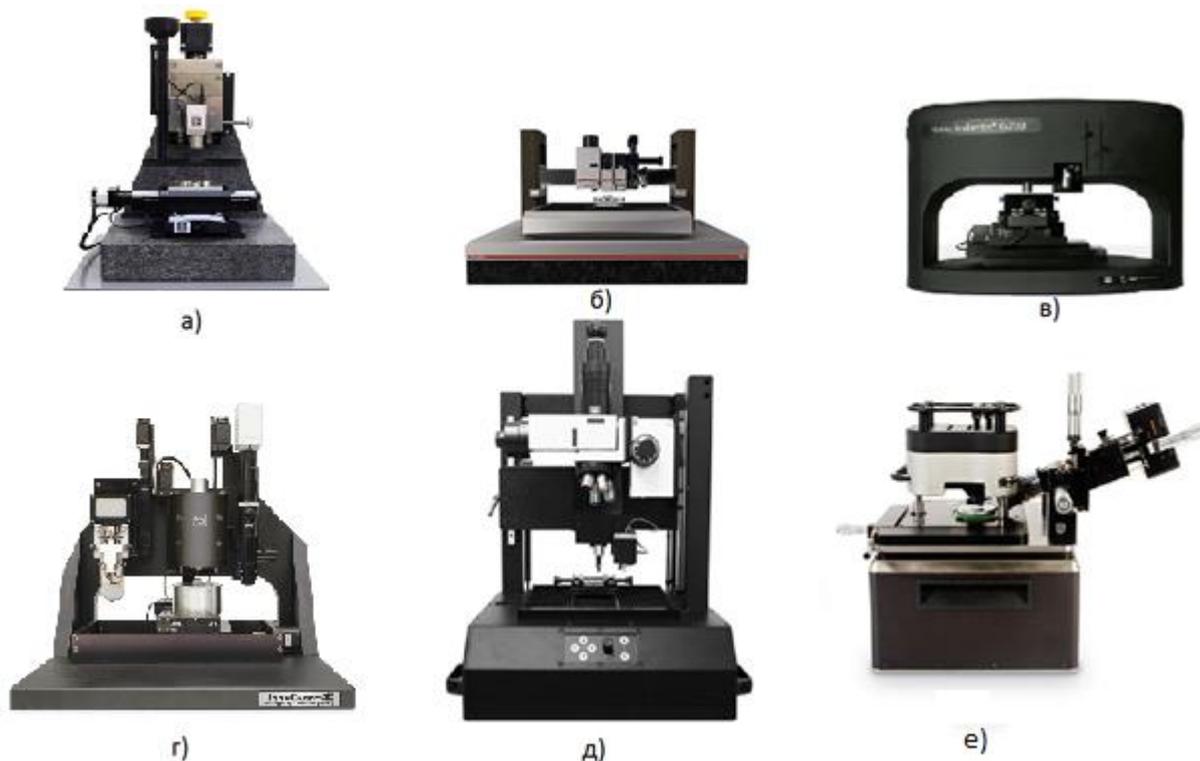


Рисунок 7 – Твердомеры по методу инструментального индентирования: а) Hysitron, б) CSM - Instruments, в) Keysight, г) Nanoscan д) Nanovea, е) Asylum Research.

Рассмотренные первичные преобразователи обладают своими достоинствами и недостатками и реализуют измерение контролируемых параметров с высокой точностью. Такая точность измерительных преобразователей существенно повышает требования к условиям проведения эксперимента, акустической и вибрационной защите, в виду того, что несоблюдение предъявляемых требований может сказаться на результатах измерений.

Ограничить влияние окружающей среды можно путем модернизации аппаратных решений и строгим выполнением требований к условиям, в которых проводится эксперимент, однако существуют методические источники неопределенности результатов измерений, устранить которые можно только

модернизацией расчетных методик. Источники неопределенности результатов измерений будут рассмотрены в последующих главах.

В связи с относительной новизной метода и исследуемого материала проблема контроля механических свойств пространственно-армированных УУКМ является недостаточно освещенной. Метод инструментального индентирования применялся в работах [41-43] для решения задач индентирования в волокнистые композиционные материалы и в работе [44] для решения задачи индентирования в материал похожей структуры. Однако, регламентируемые стандартами методики расчета значений твердости и модуля упругости решены для случая индентирования индентора, описываемого как тело вращения гладкой функции, в однородное упругое полупространство, что может влиять на достоверность полученных в ходе контроля значений модуля упругости, что в свою очередь может критично влиять на результаты математического моделирования и прочностных расчетов изделий из пространственно-армированных УУКМ и выходу из строя ответственных узлов конструкций. Таким образом, вопрос применения метода инструментального индентирования для контроля локальных механических свойств, пространственно-армированных углерод-углеродных композиционных материалов, требует дополнительного изучения.

1.7 Постановка задач исследования

Целью диссертационной работы является разработка методики контроля локальных механических свойств пространственно-армированных углерод-углеродных композиционных материалов.

Задачи исследования. Для достижения обозначенной цели в диссертационной работе необходимо решить следующие задачи:

1. Проанализировать существующие расчетные методики и программно-аппаратные средства твердомеров по методу инструментального индентирования;
2. Теоретически обосновать рациональность использования метода инструментального индентирования для решения задачи индентирования в стержни пространственно-армированных УУКМ и провести анализ контролируемых и мешающих параметров;

3. Разработать математическую модель, описывающей контактную задачу внедрения индентора в армирующий стержень УУКМ и анализ упруго-пластических свойств УУКМ;

4. Провести экспериментальное исследование процесса индентирования армирующих стержней УУКМ, произведенных с соблюдением технологического процесса и с нарушением технологического процесса;

5. Разработать методику контроля локальных механических свойств пространственно-армированных УУКМ.

Глава 2 Теоретическое и экспериментальное обоснование обеспечения заданной точности измерений механических свойств объемно-армированных углерод-углеродных композиционных материалов методом инструментального индентирования.

Впервые идея классификации материалов путем испытания на твердость царапанием была выдвинута в первой половине 18 века Реомюром. Эту идею развил Моос, представивший в 1811 году опытный метод оценки физико-механических свойств, позволяющий качественно оценивать твердость материалов по способности царапаться десятью эталонными минералами от талька до алмаза, ранжированных в порядке способности оставлять царапины одного на другом [45]. Несмотря на примитивность этого метода, им пользуются до сих пор.

Развитие количественных методов оценки физико-механических свойств стало возможным благодаря развитию теории контактной механики в конце 19-го века с решений Буссинеска и Герца, основные положения которых положили начало развитию контактной механики:

- Буссинеском был предложен метод расчета значений прикладываемой нагрузки и возникающих в эластичном образце деформаций, при этом нагрузка прикладывалась твердым индентором. В дальнейшем его решения применялись для расчета геометрических параметров инденторов ϕ форме цилиндра и конуса [46];

- Герц, в свою очередь, решил задачу упругого контакта двух сферических тел с различным радиусом и модулем упругости [47].

Следующим масштабным этапом в развитии контактной механики стали решения Снеддона, определившего отношения между нагрузкой, деформацией и формируемой контактной областью для осесимметричных инденторов, а так же коэффициентов пересчета функции формы индентора ϵ [48-49].

Развитием идей Герца, Буссинеска и Снеддона стали разработки в области измерения твердости металлов статическими методами. Первым экспериментальным методом оценки твердости считается метод, разработанный

Бриннелем в начале 20 века, заключающийся в расчете твердости исходя из геометрических размеров отпечатка, оставленного сферическим индентором при известных значениях прикладываемой нагрузки [50]. Позже, Роквеллом был разработан метод измерения твердости, в ходе которого к испытываемому образцу прикладывалась предварительная и полная нагрузка индентором конической формы, а твердость рассчитывалась из разницы глубин внедрения индентора [51-52]. Так же в начале 20 века Виккерс предложил метод расчета твердости из известных значений прикладываемой нагрузки и оцененной оптическими методами площади отпечатка индентора в виде пирамиды с четырьмя гранями [53-56].

Статические методы измерения твердости получили широкое распространение и используются в практике по сей день как основные методы измерения твердости. Измеряемые значения твердости зависят от сочетания физико-механических свойств материала и методики измерения, так как твердость не является производной величин системы единиц физических величин СИ, что не позволяет окончательно решить задачу количественного измерения твердости.

Развитие технологий и вычислительной техники привело к распространению и развитию новых методов измерения твердости, в том числе метода Лоба и ультразвукового контактного импеданса [57-60]. Наиболее интересным является метод инструментального индентирования, в основе которого лежит непрерывная регистрация нагрузки и внедрения индентора и последующего построения зависимости приложенной силы от глубины внедрения (Рисунок 8).

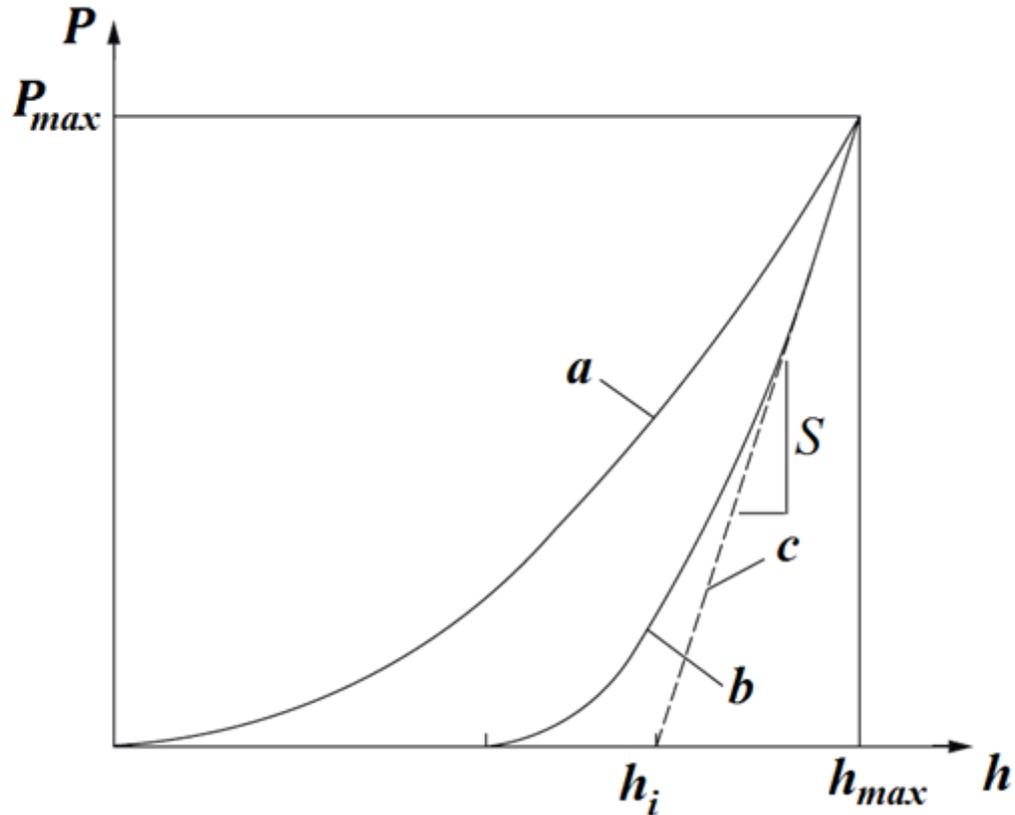


Рисунок 8 – Общий вид диаграммы нагрузка-внедрение, где a – этап нагружения, b – этап разгрузки, c – касательная к кривой разгрузки в точке максимального значения нагрузки P_{max} , h_{max} – глубина внедрения при P_{max} , h_i – точка пересечения касательной к кривой разгрузки c с осью h , S – жесткость, определенная как тангенс угла наклона касательной к кривой разгрузки.

2.1 Решения Стиллвелла, Табора

Одним из первых этапов развития метода инструментального индентирования стали экспериментальные исследования свойств металлов Табора [61], заключавшиеся в индентировании металлов твердым индентором в форме сферы. В дальнейшем аналогичные эксперименты были Табором и Стиллвеллом для случая индентирования металлов твердым индентором в виде конуса [62]. По результатам исследований был сделан вывод о том, что после снятия нагрузки форма контактной площадки упруго восстанавливается, а учет формы отпечатка позволяет проанализировать влияние пластических свойств испытуемого образца на характер кривой разгрузки. Разработки Табора

показали, что степень упругого восстановления поверхности испытуемого образца связан с формой кривой разгрузки и характеризует модуль упругости испытуемого образца и размер отпечатка, оставленного инденторами в форме конуса и сферы. Диаметр отпечатка индентора в форме конуса остается постоянным после снятия испытательной нагрузки, упругие свойства материала влияют только на величину восстанавливаемой глубины внедрения. Пластичность материала влияет на начальные циклы нагружения-разгрузки, поэтому необходимо произвести несколько циклов нагружение-разгрузку.

Жесткость индентора влияет на характер зависимости нагрузка-деформация и учитывается с помощью определения приведенного модуля E_r по формуле:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1-\nu^2)}{E} + \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i} \quad (2)$$

где E - это модуль упругости (Юнга), ν коэффициент Пуассона для образца, а E_i и ν_i аналогичные параметры для индентора.

2.2 Метод Булычева, Алехина

Работ Булычева, Алехина и их коллег положили начало применению разработанных теорий в целях экспериментальных исследований [63-68]. Для построения зависимости нагрузка-деформация использовались микротвердомеры, результаты экспериментов рассчитывались исходя из формулы:

$$S = \frac{dP}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A} \quad (3)$$

где, $S = \frac{dP}{dh}$ жесткость верхнего участка кривой разгрузки, определенная в ходе эксперимента, E_r приведенный модуль упругости, A площадь контакта индентора с поверхностью, рассчитанная из функции формы индентора на глубине внедрения.

В ходе эксперимента измерялась начальная упругая разгрузка – область начала кривой разгрузки, имеющая линейный характер. Определить модуль упругости можно с учетом предположения, что величина оптически измеренной области отпечатка индентора равна величине зоны контакта.

В предыдущих работах считалось, что соотношение (3) справедливо для случая применения конического индентора. Экспериментальные исследования доказали применимость соотношения (3) справедливо и для инденторов в форме сферы и цилиндра. Позднее Оливер и Фарр расширили данный вывод, доказав что соотношение применимо для любого индентора, который можно описать вращением гладкой функции.

Прикладываемая к образцу нагрузка индентором в форме цилиндра рассчитывается из соотношения (3). Подставляя в соотношение функцию формы цилиндрического индентора $A = \pi a^2$, где a это радиус индентора на глубине внедрения h , получаем:

$$\frac{dP}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{\pi a^2} \quad (4)$$

Упростив формулу получим зависимость:

$$P = 2E_r a h, \quad (5)$$

Полученная зависимость справедлива для случая индентирования индентором в форме цилиндра с плоской вершиной с радиусом a , который постоянен во всем диапазоне глубин внедрения h (Рисунок 9) [69].

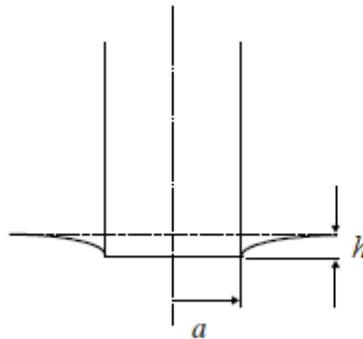


Рисунок 9 – Схема индентирования индентором с плоской вершиной

Дальнейшие эксперименты доказали сходимость полученных ранее значений модуля упругости со значениями, полученными с использованием четырехгранной пирамиды Викерса и рассчитанными по формуле (3). Позднее Кинг доказал, что соотношение (3) справедливо для ряда инденторов, которые нельзя описать как тело вращения гладкой функции [70]. А так же что отклонения от формулы (3) для плоских инденторов поперечным сечением

квадратной или треугольной формы составляют 1.2% и 3.4%. Для случаев применения инденторов с такой геометрией в соотношение (3) добавляется поправочный коэффициент β , значения которого составляют 1,0012 и 1,0034 [71].

2.3 Метод Дорнера, Никса

Основываясь полученных ранее результатах, Дорнер и Никс предложили метод расчета значений твердости и модуля упругости на основе анализа полученных в ходе процесса индентирования данных. Предложенный ими метод основан предположении, что на начальном этапе разгрузки характер упругого восстановления области контакта индентора с испытуемым образцом коррелирует с характером упруго-пластического поведения отпечатка, оставленного после внедрения индентора в форме цилиндра с плоской вершиной. В таком случае контактная площадка остается постоянной даже после снятия нагрузки с индентора. Разработанная теория подтвердилась экспериментами, показавшими, что для ряда материалов характерно линейное поведение начального этапа кривой разгрузки, как и для случая внедрения плоского индентора в форме цилиндра. Таким образом связь упругой составляющей разгрузки со значениями модуля упругости и площади контакта индентора с поверхностью испытуемого образца описывается формулой (3).

Для оценки площади контакта индентора с поверхностью испытуемого образца Дорнер и Никс предложили подход, который заключается в построении касательной к начальному участку верхней трети кривой разгрузки, имеющему линейный характер. В таком случае для определения площади контакта использовалась глубина внедрения, полученная при пересечении касательной с осью внедрения h [72]. Дальнейшие эксперименты позволили сделать вывод, что значения глубины, полученные на пересечении касательной к кривой разгрузки с осью h дают лучшее представление об отпечатке во время процесса индентирования, чем значения глубины при максимальной нагрузке или глубины восстановленного отпечатка.

Так как площадь контактной площадки определена, модуль упругости определяется по формуле (7), твердость рассчитывается из соотношения:

$$H = \frac{P_{\max}}{A_c} \quad (6)$$

Где P_{\max} это максимальная нагрузка, приложенная в процессе индентирования, а A_c площадь контакта индентора с поверхностью испытуемого образца.

2.4 Метод Оливера, Фарра

На основании экспериментального анализа Оливер и Фарр выдвинули теорию о том, что кривая разгрузки нелинейна даже на начальных этапах [73]. Было выявлено, что жесткость контакта меняется мгновенно и постоянно в процессе снятия нагрузки с индентора. Полученные результаты опровергли решения, полученные Дорнером и Никсом.

Метод, разработанный и предложенный Оливером и Фарром, позволяет учесть нелинейность начала кривой разгрузки и предлагает процедуру определения контактной глубины, основанную на использовании функции формы индентора и коэффициента пересчета функции формы индентора [74]. Предложенный Оливером и Фарром метод не только учитывает нелинейность кривой разгрузки, но и предлагает физически обоснованный алгоритм расчета глубины внедрения, необходимой для расчета контактной площадки при максимальной нагрузке совместно исходя из функции формы индентора.

В целях индентирования наиболее предпочтительным является применение конического индентора, либо индентора Берковича, так как его вершина представляет собой точку, а поперечное сечение описывается квадратом глубины внедрения. В связи с тем, что вершина индентора не является абсолютно острой, для его описания так же используется параболоид вращения, для которого справедливы решения для сферического индентора. Для всех перечисленных форм кривая разгрузки имеет нелинейный характер, а область контакта меняется в ходе процесса разгрузки.

Одним из основных допущений описываемой методики можно считать тот факт, что формула, используемая для описания упругого восстановления однородного упругого полупространства, используется для описания поверхности

испытуемого образца после процесса индентирования. А решения, полученные Снеддоном справедливы и для изначальной поверхности, и для поверхности после индентирования, с дополнениями в геометрии индентора, а именно в описании угла при вершине конического индентора и радиуса сферического индентора. В связи с существенным различием геометрических форм сферы и конуса, был сделан вывод о том, что их математическое описание может быть справедливо для других инденторов, имеющих осевую симметрию.

Поперечное сечение процесса внедрения индентора в испытуемый образец и параметры, используемые при расчете показаны на рисунке 10. Для каждого значения времени в процессе внедрения индентора его глубина h рассчитывается как:

$$h = h_c + h_f \quad (7)$$

где h_c значение внедрения индентора или контактная глубина, а h_f деформация периметра вокруг отпечатка.

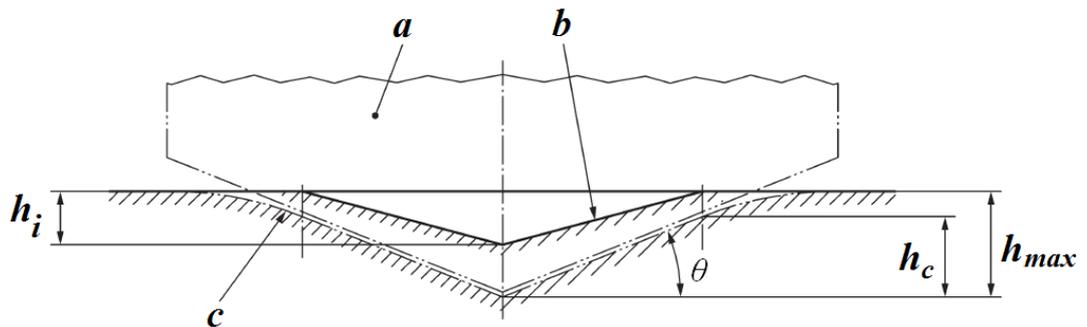


Рисунок 10 – Поперечное сечение процесса индентирования, где a – индентор, b – поверхность отпечатка в испытуемом образце после снятия нагрузки, c – поверхность контакта испытуемого образца с индентором при максимальной нагрузке и глубине внедрения, θ – максимальный угол между поверхностью испытуемого образца и индентором.

Основными параметрами, снимаемыми в процессе индентирования являются нагрузка P и деформация h . Из расчета кривой нагрузка-деформация

так же рассчитывается контактная жесткость S , измеряемая только при максимальной нагрузке.

Расчет полученных в ходе эксперимента данных начинается с приведение соотношения (3) к виду:

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi} S}{2 \sqrt{A}} \quad (8)$$

Формула связывает искомый приведенный модуль упругости E_r с площадью контакта индентора с поверхностью на глубине индентирования A и контактной жесткости S , значения которого вычисляются из зависимости нагрузка-деформация и применима для любого индентора, описываемого как тело вращения гладкой функции.

Площадь контакта индентора с поверхностью испытуемого образца A определяется из формы индентора на глубине внедрения h_c . Функция формы индентора представляет из себя квадратичную зависимость, описывающую геометрию индентора как площадь поперечного сечения индентора A в зависимости от глубины внедрения h . Так как индентор является более твердым телом, в ходе измерения он не деформируется, соответственно площадь контакта индентора с поверхностью испытуемого образца можно вычислить по формуле:

$$A = A_p(h_c) \quad (9)$$

Функция формы индентора A_p определяется до начала анализа согласно существующим методикам.

Расчет контактной глубины внедрения производится по формуле:

$$h_c = h_{max} - h_f \quad (10)$$

которая выводится из соотношения (7). Глубина внедрения индентора в момент приложения максимальной нагрузки h_{max} рассчитывается из кривой нагрузка-деформация.

Деформация поверхности вокруг отпечатка обусловлена геометрией индентора. Описание формы поверхности вокруг отпечатка для индентора в форме конуса рассчитывается как:

$$h_i = \frac{(\pi-2)}{\pi}(h - h_f) \quad (11)$$

Значение $(h - h_f)$ применимо для данного случая больше, чем h , в связи с тем, что решения Снеддона могут быть использованы только для упругой составляющей деформации. Отношение нагрузка-деформация для конического индентора записывается как:

$$(h - h_f) = 2 \frac{P}{S} \quad (12)$$

где S это контактная жесткость, определяемая из касательной к начальному участку кривой разгрузки. Подставив формулу (12) в формулу (11) получим:

$$h_s = \varepsilon \frac{P_{max}}{S} \quad (13)$$

где ε - это коэффициент пересчета функции формы индентора, выбранный для индентора, используемого в эксперименте. Для индентора в форме конуса коэффициент пересчета функции формы индентора записывается как:

$$\varepsilon = \frac{2}{\pi} (\pi - 2), \quad (14)$$

Откуда $\varepsilon = 0,72$. Значения коэффициента пересчета функции формы индентора ε меняется для параболоида вращения или индентора с плоской вершиной и равен $\varepsilon = 0,75$ и $\varepsilon = 1$ соответственно.

Формулу 10 можно преобразовать в:

$$h_c = h_{max} - \varepsilon \frac{P_{max}}{S} \quad (15)$$

или

$$h_c = h_{max} - \varepsilon(h_{max} - h_i) \quad (15.1)$$

где h_i – точка пересечения касательной к начальному участку кривой разгрузки с осью внедрения h .

Кроме модуля упругости полученные в процессе эксперимента данные используются так же для расчета твердости H . Твердость определяется как отношение приложенной к индентору нагрузки к площади контакта индентора с поверхностью испытуемого образца:

$$H = \frac{P_{max}}{A} \quad (16)$$

Данные, полученные из формулы (16), могут отличаться от полученных оптическими методами значениями площади контактной площадки, что обосновано тем, что в большинстве случаев деформация не может быть абсолютно пластичной и площадь контакта при максимальной нагрузке будет отличаться от площади восстановленного отпечатка, измеренной оптическими методами.

В существующих стандартах на метод инструментального индентирования определены две шкалы твердости: твердость по шкале Мартенса HM , и твердость индентирования H_{IT} .

Твердость по шкале Мартенса рассчитывается из соотношения:

$$HM = \frac{P}{A_s(h)} \quad (17)$$

где P - нагрузка, прикладываемая к индентору, $A_s(h)$ - площадь поверхности внедрившейся части индентора, h - глубина внедрения индентора относительно исходной поверхности.

Твердость по шкале Мартенса измеряется в ГПа и считается мерой полной деформации, и может быть рассчитана так же для случая абсолютно упругой деформации. Недостатком данной шкалы является использование полной площади поверхности индентора при расчете, вне зависимости от того, контактирует она с поверхностью испытуемого образца, или нет. Получаемое при делении нагрузки на площадь поверхности индентора на глубине внедрения значение твердости, не имеет физического смысла, в отличие от деления на площадь проекции, которое дает среднее контактное давление [75]. К тому же, при расчете функция формы индентора индентора принимается идеальной, что критично сказывается на результатах измерений в диапазоне глубин индентирования менее микрона.

Твердость по шкале индентирования рассчитывается по формуле:

$$H_{IT} = \frac{P}{A_p(h_c)} \quad (18)$$

где $A_p(h_c)$ - площадь поперечного сечения индентора, находящегося в контакте с поверхностью испытуемого образца, h_c - глубина внедрения с учетом упругого прогиба исходной поверхности.

В отличие от классических шкал твердости, твердость по шкале индентирования не является безразмерной, а измеряется в единицах давления (ГПа) и рассчитывается из основных величин системы СИ. Твердость по шкале индентирования определяется как мера сопротивления деформации и представляет собой среднее контактное давление под индентором.

Именно эту твердость имеют в виду авторы подавляющего большинства научных публикаций, ссылающихся на метод расчета по Оливеру-Фарру. Твердость по шкале индентирования имеет высокую степень корреляции с твердостью по шкале Виккерса для металлов с точностью до постоянного коэффициента пересчета [27, 30].

2.5 Анализ контролируемых параметров и источников неопределенности результатов измерений

Основные результаты данного подраздела были получены совместно с, Потаповым А.И., Сясько В.А., Гоголинским К.В., Кондратьевым А.В., и изложены в работах [76-80].

При расчете твердости и модуля упругости по методу инструментального индентирования необходимо учитывать большое количество независимых источников неопределенности результатов измерений, часть которых является принципиально неустраняемыми.

Процесс расчета значений твердости и модуля упругости состоит из двух этапов:

1. Этап получения зависимости нагрузка-деформация.
2. Этап анализа зависимости нагрузка-деформация.

В ходе этапа получения кривой (зависимости) нагрузка-деформация происходит нагружение испытуемого образца до заданных значений, выдержка его под нагрузкой в течении установленного времени, и разгрузка, с фиксацией значений нагрузки P и внедрения h в ходе всего процесса индентирования.

Сформированный таким образом массив данных передается в программу обработки, которая производит расчет кривой нагрузка-деформация согласно утвержденному стандартам и описанному выше методу Оливера – Фарра.

Источники неопределенности результатов измерений метода инструментального индентирования можно разделить на три категории:

1. Источники неопределенности связанные с калибровкой измерительной установки и ее аппаратной частью;
2. Источники неопределенности связанные с некоторыми допущениями в используемой методике расчета;
3. Источники неопределенности связанные с особенностями физико-механических свойств материала образца и внешними факторами.

Для оценки суммарного вклада источников в неопределенность в результатов измерений по методу инструментального индентирования необходимо рассмотреть их подробнее.

2.5.1 Аппаратные источники неопределенности результатов измерений

К источникам неопределенности результатов измерений, связанным с калибровкой измерительной установки и ее аппаратной частью относят источники связанные с:

1. Калибровкой первичных преобразователей силы и перемещения.
2. Конечной жесткостью несущей конструкции (рамы).
3. Закреплением испытуемого образца.
4. Особенностью геометрии индентора.

В первичных преобразователях твердомеров по методу инструментального индентирования взаимосвязаны системы регистрации силы и перемещения в процессе индентирования, а их калибровка влияет на точность определения глубины внедрения, прикладываемой нагрузки, контактной жесткости и, в конечном итоге, на расчетное значение твердости H_{IT} .

На точность определения контактной глубины внедрения h_c и расчетные значения приведенного модуля упругости E_r влияет жесткость несущей конструкции твердомера, которая является конечной и рассчитывается как

суммарная деформация рамы прибора при приложении нагрузки к индентору. Для ограничения вклада жесткости конструкции в неопределенность результатов измерений, поправка на нее должна быть учтена при расчете контактной жесткости и последующих расчетах, производимых согласно стандартизованной методике [30].

Способ закрепления испытуемого образца на рабочем столе твердомера может давать непредсказуемый вклад в неопределенность результатов измерений. Для минимизации вклада следует тщательно закреплять образец на рабочем столе, для обеспечения жесткости конструкции и обеспечить плоскопараллельность поверхности образца относительно оси приложения силы с допустимым отклонением от вектора нагрузки не более одного градуса.

В расчете значений твердости и модуля упругости участвует функция формы индентора, которая, для применяемых в стандартизованной методике инденторов Виккерса и Берковича, является квадратичной зависимостью площади поперечного сечения индентора от расстояния до его вершины. В связи с тем, что реальные инденторы нельзя описать квадратичной зависимостью от глубины внедрения, в виду неидеальности их геометрии при вершине, скругление индентора (50-100 нм для индентора Берковича) при вершине необходимо учесть для ограничения вклада в неопределенность результатов измерений на малых глубинах индентирования.

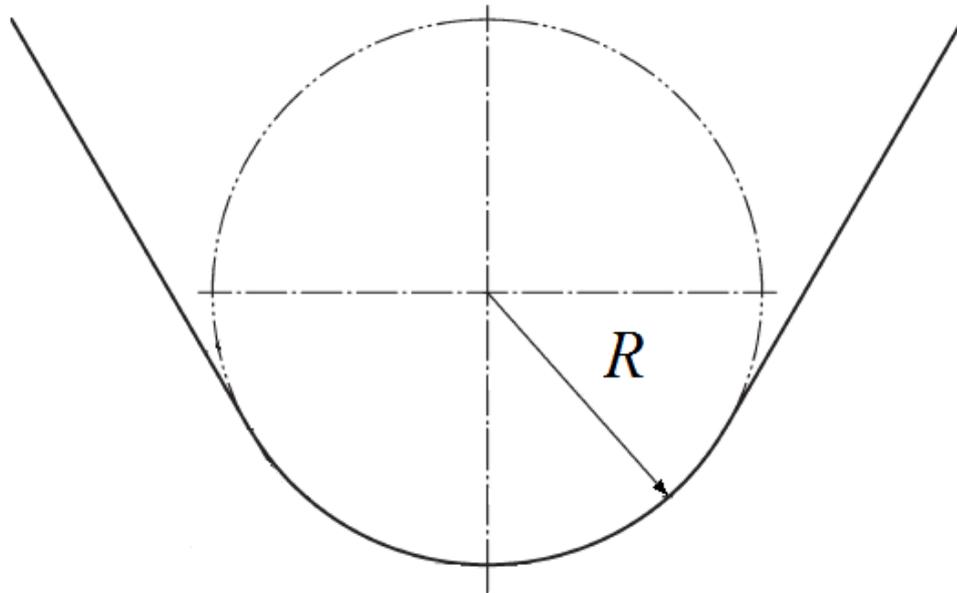


Рисунок 11 – Схематическое изображение вершины индентора, где R – радиус скругления индентора

Существует несколько методик оценки функции формы индентора, заключающиеся в прямом или косвенном ее определении. При прямом определении индентор или отпечаток индентора анализируется средствами сканирующей зондовой или атомно-силовой микроскопии. При косвенном определении, квадратичная зависимость строится по результатам решения обратной задачи при индентировании в стандартный образец с известными свойствами.

При проведении измерений методом инструментального индентирования следует тщательно следить за состоянием поверхности индентора и отклонением от его геометрии. При индентировании в твердые материалы инденторы могут изнашиваться после небольшого количества циклов измерений. Для ограничения вклада в неопределенность результатов измерений следует проводить ежедневную проверку измерительной установки путем проведения измерений на стандартных образцах с известными свойствами. Периодически так же следует производить оценку состояния индентора средствами оптической микроскопии. Рекомендации по очистке обслуживанию инденторов даны в стандарте [30].

2.5.2 Методические составляющие неопределенности результатов измерений

К источникам неопределенности результатов измерений, связанными с расчетной методикой метода инструментального индентирования относят:

1. Неопределенность результатов измерений, связанная с погрешностью нахождения начальной точки контакта.
2. Неопределенность результатов измерений, связанная с отклонениями геометрии индентора.

Погрешность нахождения точки начального контакта индентора с поверхностью, связана с интерпретацией полученных кривых нагрузка-внедрение алгоритмами определения начальной точки, либо оператором измерительной установки. От погрешности нахождения начальной точки контакта зависит значение максимальной глубины внедрения и расчетных значений твердости и модуля упругости.

Влияние отклонений геометрии индентора связано с решениями Снеддона [48,49], которые справедливы для осесимметричных инденторов. Для инденторов с геометрией, отличной от описываемой, в формулу (1) вводится поправочный коэффициент β , значение которого варьируется в пределах: $1.0226 \leq \beta \leq 1.085$ [71].

Коэффициент пересчета функции формы индентора ε влияет на расчет контактной глубины внедрения h_c согласно формуле (15). Значение этого коэффициента зависит от геометрии индентора и вытекает из решений Снеддона и изменяется в диапазоне от 0,72 до 1. Так как решения Снеддона были для инденторов с идеальной геометрии, а геометрия реальных инденторов далека от идеальной ее отклонение может существенно влиять на рассчитываемые значения твердости и модуля упругости. Далее приведена оценка влияния отклонения коэффициента функции формы индентора ε на неопределенность расчета контактной глубины внедрения.

Из зависимости нагрузка-внедрение и формул 15 и 15.1 следует, что поправка контактной глубины внедрения, влияет тем больше, чем меньше

измеряемая контактная S и меньше максимальная глубина внедрения h_{max} . Соотношение этих параметров связано непосредственно с отношением твердости H и модуля упругости E .

Перепишем формулу (15):

$$h_c = h_{max} - \varepsilon \frac{\sqrt{\pi} P_{max}}{2E_r \sqrt{A_c}} \quad (19)$$

С учетом выражения (18) перепишем выражение в виде:

$$h_c = h_{max} - \varepsilon \frac{H \sqrt{\pi} \sqrt{A_c}}{E_r} \quad (20)$$

Для идеальной пирамиды $A_c = kh_c^2$, тогда:

$$\frac{h_{max}}{h_c} = 1 + \varepsilon \frac{H \sqrt{\pi k}}{E_r} \quad (21)$$

Оценка изменения расчетного значения контактной глубины внедрения h_c при постоянной максимальной глубине внедрения h_{max} в зависимости от значения ε для разных материалов представлена в таблице 1. Коэффициент при квадратичной функции k был взят равным 24,5. Значения твердости и приведенного модуля упругости представленных материалов взяты на основе справочных данных из различных источников.

Таблица 1 – Влияние коэффициента пересчета функции формы индентора ε на отклонение расчетных значений h_c .

Материал	E (ГПа)	H (ГПа)	E/H	h_{max}/h_c		$\frac{h_c(\varepsilon=1)}{h_c(\varepsilon=0,75)}$	Δ (%)
				$\varepsilon=1$	$\varepsilon=0,72$		
Поликарбонат	2,3	1,1	2,1	3,1	2,5	0,81	19
Плавленый кварц	72	8,5	8,5	1,52	1,37	0,9	10
Сапфир	400	22	18	1,24	1,17	0,95	5
Сталь 40X	210	4	52,5	1,083	1,06	0,978	2,2
Сталь 20	200	2	100	1,044	1,032	0,988	1,2
Титан BT-1	110	1	110	1,04	1,029	0,989	1,1

Из приведенных результатов видно, что чем меньше соотношение E/H для материала, тем больше погрешность расчета величины контактной глубины внедрения h_c , связанная с отклонением геометрии индентора при вершине.

Сапфир, поликарбонат и плавленый кварц используются в качестве стандартных образцов при калибровке и косвенной оценке функции формы индентора согласно приведенным в стандартах методикам. Методическая погрешность расчета контактной глубины внедрения при проведении измерений на стандартном образце плавленого кварца в диапазоне глубин индентирования до 100 нм может составить 10%, а погрешность расчета площади контакта 20%. Так как на результат измерений так же влияют и другие источники неопределенности, достоверность полученных результатов измерений может подвергаться критической оценке.

2.5.3 Влияние физико-механических свойств исследуемых объектов и мешающих параметров

К особенностям свойств исследуемых объектов и мешающим параметрам можно отнести:

1. Размерный эффект.
2. Анизотропия свойств.
3. Особенности упруго-пластической деформации.
4. Шероховатость.
5. Вибрации.
6. Термодрейф.

Приповерхностные свойства материалов отличаются от его объемных свойств, что необходимо учитывать при сравнении результатов измерений, полученных в макро диапазоне и в микро/нанодиапазоне. Данное отличие обусловлено природой вещества и модификацией поверхности, в результате загрязнения или адсорбции частиц веществ из окружающей среды, окисления и т.д..

При расчете твердости и модуля упругости по стандартизованной методике необходимо учитывать, что все приведенные зависимости решены для упругой

задачи внедрения твердого индентора в однородное упругое изотропное полупространство. Применение стандартизированной методики расчета для контроля механических свойств анизотропных и сложноструктурированных материалов может привести к получению недостоверного результата. Данный факт необходимо учитывать при количественном сравнении результатов измерений материалов разных структур.

В стандартизированной методике при расчете площади контакта существует допущение, что пластическая деформация поверхности происходит под индентором, а поверхность вокруг него испытывает только упругую деформацию. Однако, у материалов с высокой степенью пластичности при внедрении индентора образуются навалы («pile-ups») по периметру вокруг индентора (Рисунок 12). Образование больших навалов характеризуются многие металлы, моно- и поликристаллические материалы. Для материалов с высокой степенью упругости во время прикладывания нагрузки вокруг области контакта индентора с поверхностью испытываемого материала образуется область, которая упруго прогибается («sink-in»). Эти особенности упруго-пластической деформации материала влияют на реальную площадь контакта индентора с поверхностью, которая может отличаться от расчетной [81].

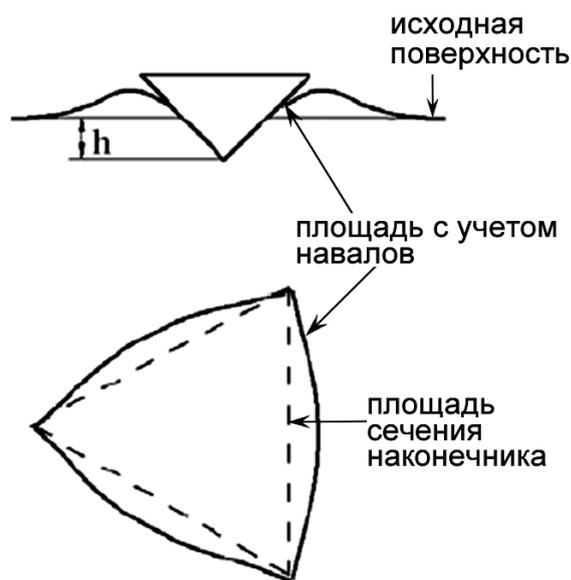


Рисунок 12 – Ошибки определения площади контакта индентора с материалом, вызванные образованием навалов («pile-up»).

На реальную площадь контакта индентора с поверхностью, особенно при малых глубинах индентирования, может критически влиять шероховатость поверхности испытуемого образца. Для ограничения вклада шероховатости поверхности в неопределенность результата измерения (не более 5%) согласно стандартизированной методике рекомендуется обеспечивать глубину внедрения h минимум в 20 раз больше среднего арифметического отклонения профиля шероховатости Ra .

В таблице 2 приведены значения среднего арифметического отклонения профиля шероховатости Ra для различных нагрузок и типов материалов.

Таблица 2 – Примеры максимального значения Ra для различных значений нагрузки.

	Максимально допустимое значение шероховатости, Ra		
	мкм		
	0,1 Н	2 Н	100 Н
Алюминий	0,13	0,55	4,00
Сталь	0,08	0,30	2,20
Твердые металлы	0,03	0,10	0,80

В случае, если невозможно обеспечить требуемое значение шероховатости, например для образцов с большой твердостью, следует существенно увеличить количество экспериментов и тщательно подходить к обработке экспериментальных данных.

В следствии перепадов температуры и теплового расширения может возникать изменение линейных размеров элементов измерительной установки. При проведении экспериментов в микро/нанометровых диапазонах термодрейф необходимо учитывать выдержкой испытуемого образца под нагрузкой в цикле измерений. Для минимизации влияния термодрейфа существующие стандарты рекомендуют обеспечить постоянную температуру и влажность в помещении с измерительной установкой в диапазонах $23\pm 5^\circ\text{C}$ и $45\pm 10\%$ соответственно. Так же

необходимо производить выдержку испытуемых образцов при комнатной температуре для их термической стабилизации.

Для минимизации искажений и шума измерительных преобразователей и зависимости нагрузка-внедрение в следствии вибрации необходимо обеспечить вибро- и шумоизоляцию измерительной установки.

В случае применения метода инструментального индентирования для задач контроля твердости и модуля упругости пространственно-армированных УУКМ необходимо максимально устранить источники неопределенности результатов измерений, связанные со спецификой объекта контроля.

На результаты измерений пространственно-армированных УУКМ может критично влиять:

1. Шероховатость поверхности – поверхность рассматриваемых в данной работе испытуемых объектов, как правило имеет высокую степень шероховатости, что может привести к сильным искажениям кривой нагрузка-деформация. Для контроля твердости и модуля упругости УУКМ необходимо разработать технологию подготовки поверхности.

2. Особенности упруго-пластической деформации и анизотропия свойств – в связи с тем, что все расчетные формулы метода инструментального индентирования следуют из решения упругой задачи для взаимодействия индентора с однородным упругим изотропным полупространством, применение метода для контроля свойств пространственно-армированных УУКМ может быть осложнено, для оценки влияния источников неопределенности результатов измерений, связанных с особенностями упруго-пластической деформации и анизотропии свойств УУКМ необходимо произвести первичные испытания и разработать алгоритм их устранения.

3. Влияние контактной жесткости – в связи с особенностями упруго-пластического поведения изделий из УУКМ, при контроле их модуля упругости методом инструментального индентирования на результаты измерений критически может влиять контактная жесткость, которую необходимо учитывать в цикле расчета по методу Оливера-Фарра.

Для оценки влияния вышеперечисленных источников неопределенности на результаты измерений и подтверждения работоспособности метода для решения задачи измерения твердости и модуля упругости стержней УУКМ методом инструментального индентирования необходимо провести экспериментальные исследования.

2.6 Оборудование и условия эксперимента

Для проведения экспериментальных исследований в данной работе использовались микро- нанотвердомеры серии «Константа-МНТ», представляющие собой лабораторные приборы для контроля и измерения твердости и модуля упругости микро- и наноструктурированных материалов, тонких защитных покрытий, фольг и т.д. [82].

Измерительный комплекс состоит из станины с измерительным модулем, блока управления шаговыми двигателями, блока управления электроники и промышленного компьютера.

Пример станины с измерительным и оптическим модулями представлен на рисунке 13. Данная комплектация позволяет производить выбор области, в которой будут происходить измерения и выбирать места индентирования с точностью в несколько микрон благодаря цифровому оптическому модулю высокого разрешения и высокоточной системе позиционирования образца на основе линейных позиционеров и шаговых двигателей.

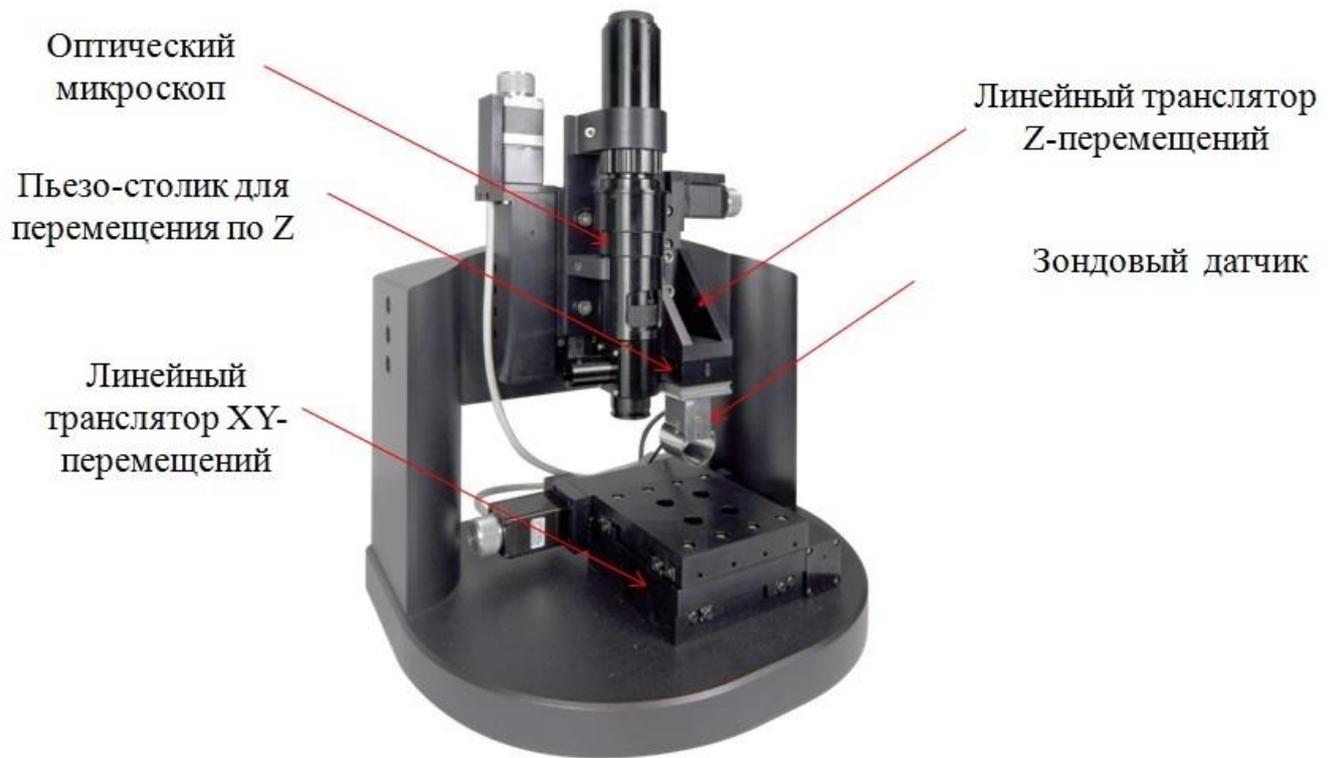


Рисунок 13 – Микро - нанотвердомер серии «Константа МНТ»

Конструкционные решения, применяемые в данной измерительной установке направлены на минимизацию влияния внешних факторов на измерения. Тем не менее, измерения в микро/нанодиапазонах требуют строгого соблюдения требований к условиям эксплуатации измерительной установке и подготовке образцов. В ходе проведения дальнейших экспериментов твердомер устанавливался на жесткую горизонтальную опору, обеспечивающую минимизацию влияния вибрации в вибро/звукозащитном коробе рабочая температура и влажность поддерживались в диапазонах 21 ± 5 °C и 60% соответственно.

Все испытуемые образцы проходили процедуру очистки поверхности согласно требованиям, установленным стандартами. Для очистки использовался спирт, так как после обработки не остается осадка и разводов. Для выполнения требований к шероховатости поверхности производилась полировка образцов алмазной суспензией. Для образцов шлифов осей армирования пространственно-армированных УУКМ была разработана система креплений, позволяющая

обеспечить максимальную жесткость конструкции и плоскопараллельность испытуемого образца относительно вектора прикладываемой нагрузки.

Технические характеристики используемой в данной работе конфигурации микро- нанотвердомера серии «Константа-МНТ» представлены в таблице 3.

Таблица 3 – Технические характеристики микро- нанотвердомера «Константа-МНТ»

Диапазон прикладываемой нагрузки	100 мкН ... 1Н
Разрешение по нагрузке	10 мкН
Диапазон измерения твердости	1 ... 60 ГПа (100 ... 6000 HV)
Диапазон измерения модуля упругости	10 ... 1000 ГПа
Диапазон перемещения индентора (макс.)	50 (100) мкм
Разрешение перемещения индентора	1 нм
Размер исследуемых образцов (не более)	50x50x30 мм
Диапазон перемещения предметного столика	50x50 мм
Шаг перемещения предметного столика	1 мкм
Оптический микроскоп	Поле зрения: 1.2X1.6 ÷ ~0.18X0.24 Оптическое разрешение: 5 мкм Цифровая камера: 5 МПиксел
Габариты (ШxГxВ)	350x300x270 мм
Масса	21 кг

Для проведения корректных измерений при индентировании стержней с учетом анизотропии необходимо чтобы оси выбранных для исследования стержней были расположены нормально к плоскости шлифа, для обеспечения требования необходимо контролировать структуру шлифа. Правильность вырезки образца определялась согласно моделям срезов, на которых указана типовая структура материала.

Ввиду особенностей строения материала поверхность изделий и шлифов из пространственно-армированных УУКМ имеет высокую степень шероховатости. Для проведения корректных измерений модуля упругости по методу инструментального индентирования и минимизации вклада шероховатости поверхности в неопределенность результатов измерения контактной глубины индентирования необходимо, чтобы глубина индентирования h_c была в 20 раз больше шероховатости Ra (среднего арифметического отклонения профиля). В ходе первичных измерений в диапазоне нагрузок от 10 до 200 мН было установлено, что для минимизации вклада шероховатости в неопределенность результатов измерений необходимо обеспечить шероховатость образцов быть не хуже $Ra=0,32$ мкм. Для обеспечения заданного уровня качества шлифов было проведено несколько этапов полировки шлифов, финишной операцией которой было полирование на алмазных суспензиях с величиной зерна 1 мкм.

В виду особенностей строения материала и технологии его производства, в структуре УУКМ может присутствовать ряд дефектов, которые могут оказывать значительное влияние при контроле физико-механических свойств. К таким дефектам относят:

- Трещины с раскрытием 10-20 мкм.
- Протяженные несплошности, заполненные коксом.
- Трещины и расслоения на границе «стержень-матрица».
- поры в коксе, заполнившим протяженные несплошности в стержне, размером ≈ 100 мкм.
- Поры в матрице размером до 300-350 мкм.

- Трещины в матрице.

Указанные дефекты, представленные на рисунке 14 [83], оказывают существенное влияние на физико-механические свойства стержней в составе УУКМ. В связи с этим, в целях получения достоверных результатов измерений следует проводить измерения в областях, находящихся за границами дефектов и их зоны влияния.

В случае дефектов различимых в микроскоп избегать их влияния можно путем рационального выбора зон, в которых будут проводиться измерения. В случае попадания индента на скрытый подповерхностный дефект необходимо производить визуальное сравнение кривых нагрузка – деформация.



Рисунок 14 – Вид дефектов на поперечном шлифе стержня УУКМ (X200)

2.7 Применение стандартизированной методики расчета механических свойств по методу инструментального индентирования для контроля механических свойств пространственно-армированных УУКМ

2.7.1 Применение метода инструментального индентирования в диапазоне нагрузок от 10 до 200 мН

Основные результаты данного подраздела были получены совместно с Потаповым А.И., Гоголинским К.В., и изложены в работах [84-85].

В целях подтверждения работоспособности предложенного метода был поставлен эксперимент, в ходе которого были проведены серии индентирований с

нагрузками 10, 50, 200 мН в матрицу и поперечные срезы сечений осей x_1 , x_2 и получены значения твердости и модуля упругости. Для обеспечения репрезентативности результатов в каждую область было проведено по 10 индентирований на каждое значение нагрузки в каждый шлиф стержней различной направленности и различные области матрицы. Ввиду того, что каркас УУКМ формируется из одинаковых стержней, изготовленных по одной технологии в рамках одной партии, было выдвинуто предположение, что в составе готовой заготовки УУКМ значения твердости и модуля упругости будут одинаковыми.

Полученные результаты приведены в таблице 4. Как видно из рисунков 15-17, фотографии шлифов стержней различной ориентации до и после индентирования значительно не отличаются, на снимках отсутствуют отпечатки, что может свидетельствовать об абсолютно упругом характере поведения материала при индентировании индентором Берковича в диапазоне нагрузок от 10 до 200 мН.

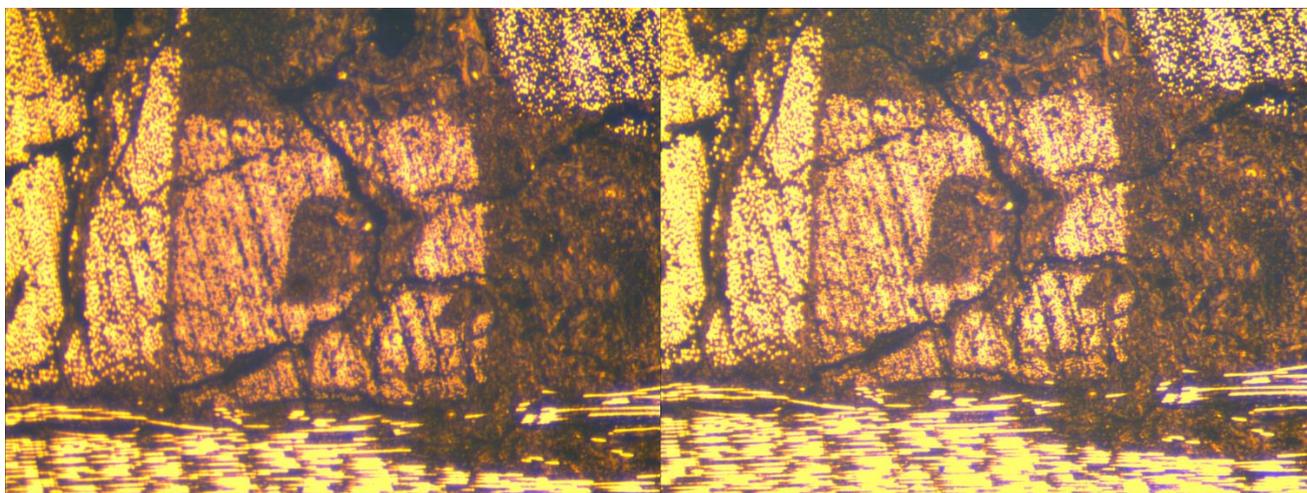


Рисунок 15 – Торцевой срез стержня оси x_1 до и после индентирования

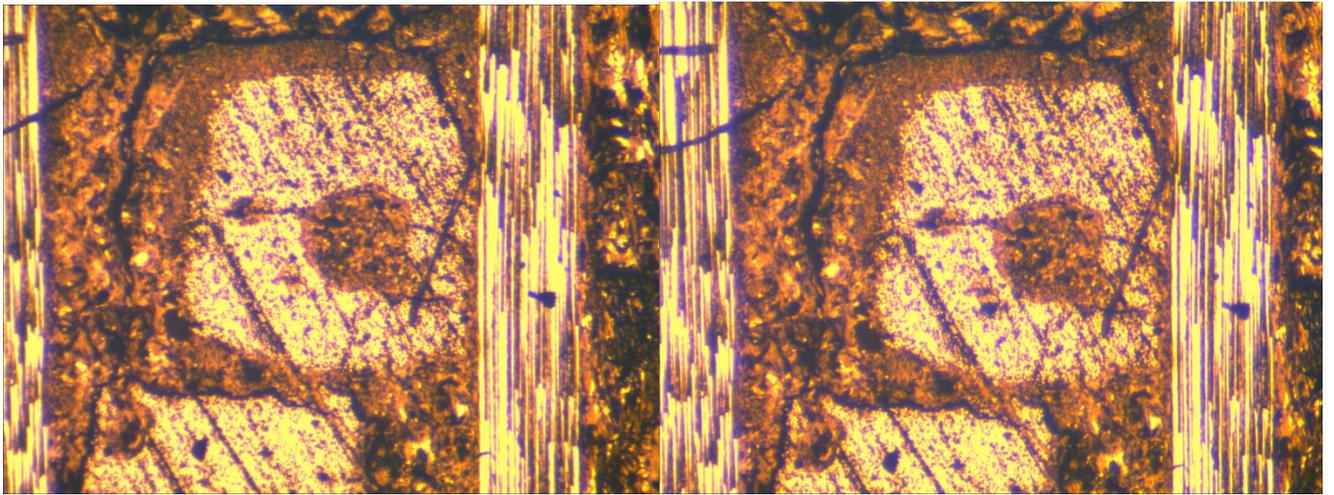


Рисунок 16 – Торцевой срез стержня оси x_2 до и после индентирования

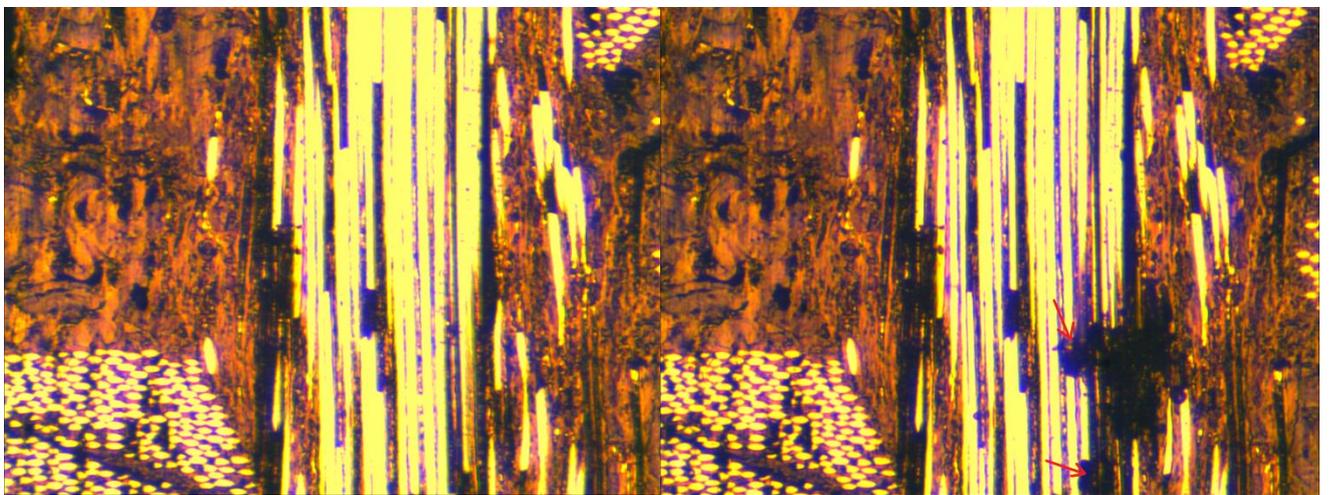


Рисунок 17 – Поперечный срез стержня до и после индентирования

Таблица 4 – Результаты индентирования в торцевой срез УУКМ индентором Берковича

Область	Нагрузка					
	10 мН		50 мН		200 мН	
	Н (ГПа)	Е (ГПа)	Н (ГПа)	Е (ГПа)	Н (ГПа)	Е (ГПа)
Пек	0,39	5,6	0,40	6,0	0,32	3,2
Поперечный срез	0,9	13	0,44	13	х	х
Х1	3,0	12	0,55	12,6	0,55	15,2
Х2	2,5	15	0,77	17,6	0,65	14,3

Полученные численные значения продольного модуля упругости близки к значениям продольного модуля упругости, полученных методом динамического индентирования, значения модуля упругости матрицы близки к значениям,

полученным в работе [20] (таблица 5). Зависимости измеренных значений продольного модуля упругости от величины прикладываемой нагрузки представлены на рисунке 18.

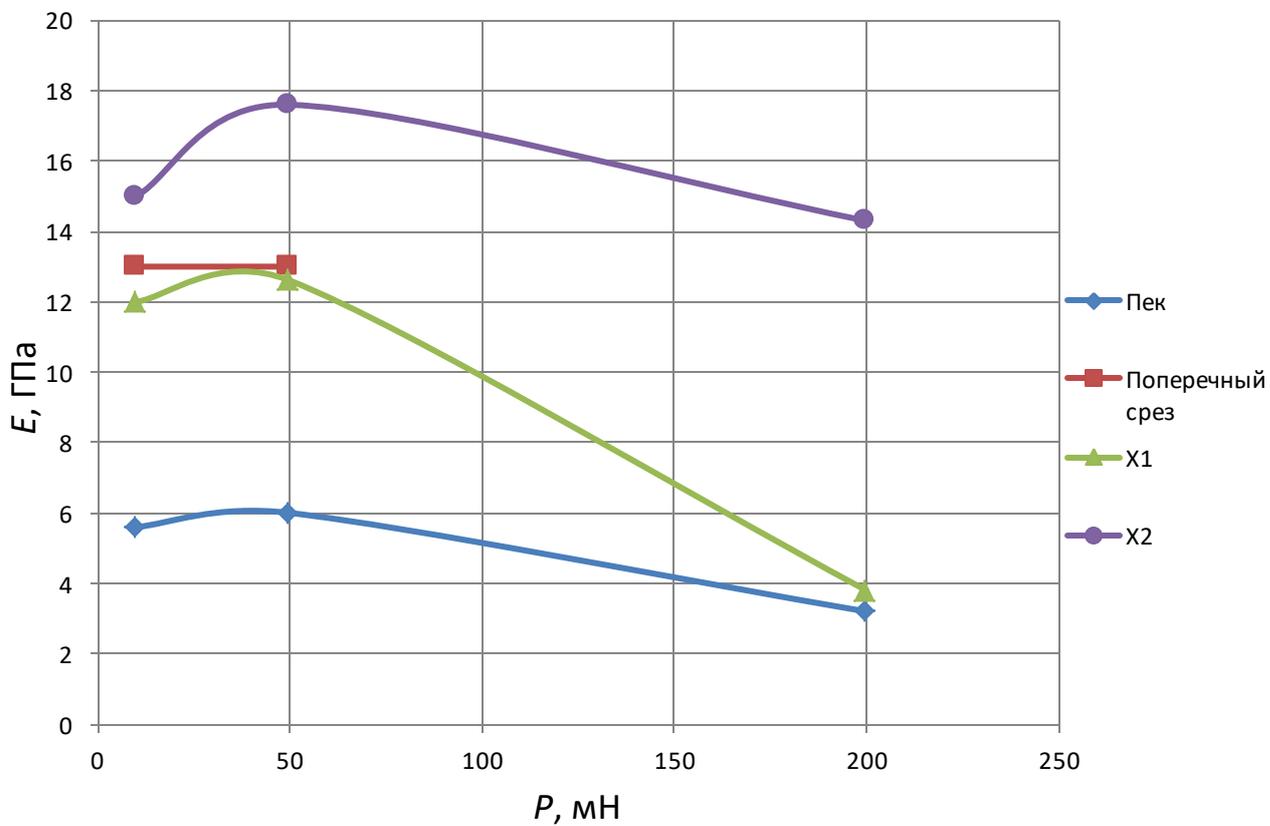


Рисунок 18 – зависимости продольного модуля упругости E от прикладываемой нагрузки P

Таблица 5 - Свойства компонентов УУКМ при нормальной температуре [20]

Величина	Соколкин и др., 1996	Мелешко, Половников 2007	Курбагов, 2010	Тарнопольский и др., 1987	Наноиндентирование, 2012	Динамическое индентирование	Наноиндентирование	Кинетическое индентирование	Метод идентификации
Продольный модуль упругости стержня, ГПа			46,4	220	58,8	10,1	7,5	17,5	165,6
Поперечный модуль упругости стержня, ГПа			17,5			14,0	21,1		3,6
Модуль продольного сдвига стержня ГПа									3,8
Модуль упругости матрицы, ГПа	8,0	1-2	7,4	6,1	11,9				2,6

Проведенные измерения показали, что исследуемые области отличаются по виду кривых (Рисунок 19 – 21) и, следовательно по характеру деформации. Можно утверждать, что во всех исследуемых областях происходило практически полное упругое восстановление отпечатка, так как кривая разгрузки возвращается в начальную точку кривой нагрузки, что так же подтверждается отсутствием видимого отпечатка на поверхности образца.

Кривые, полученные в области матрицы (ПЕК) характеризуются существенным «запаздыванием кривой разгрузки, что может быть связано с большим внутренним трением материала (Рисунок 19).

Кривые, полученные при индентировании в торцевой срез оси x_1 характеризуются практически полным совпадением участков нагружения и разгрузки, что особенно заметно при индентировании с нагрузкой 10 мН. Такой вид кривых говорит об абсолютно упругом характере деформации.

При индентировании в поперечный срез стержня в диапазоне малых нагрузок 10-50 мН значения модуля упругости близки к значениям, полученным на торцевом срезе стержней во всем диапазоне нагрузок, однако при повышении прикладываемой нагрузки до 200 мН на кривой нагружения наблюдаются изломы (Рисунок 20), связанные с хрупким разрушением филаментов в процессе их нагружения. Область, в которой происходило разрушение филаментов хорошо видна на рисунке 17.

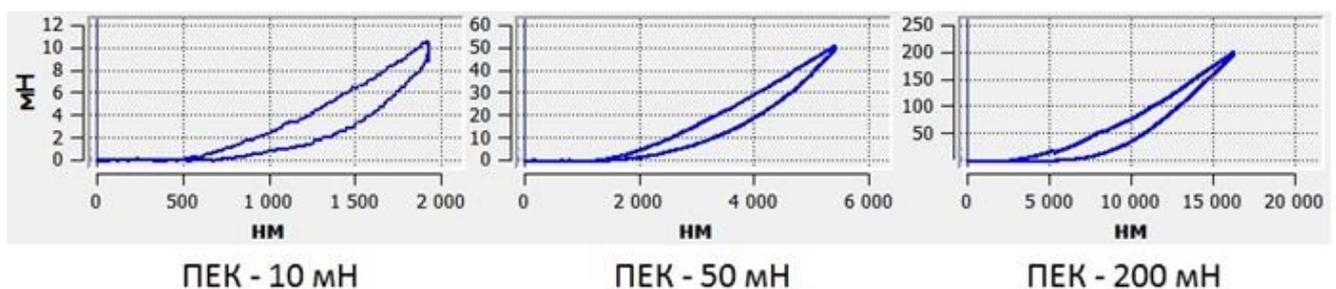


Рисунок 19 – кривые нагрузка-внедрение, полученные при индентировании в ПЕК

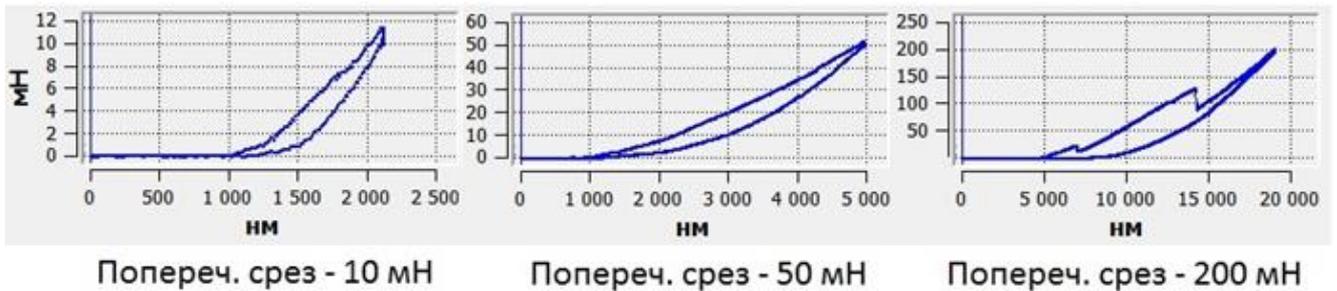


Рисунок 20 – кривые нагрузка-внедрение, полученные при индентировании в поперечный срез стержня

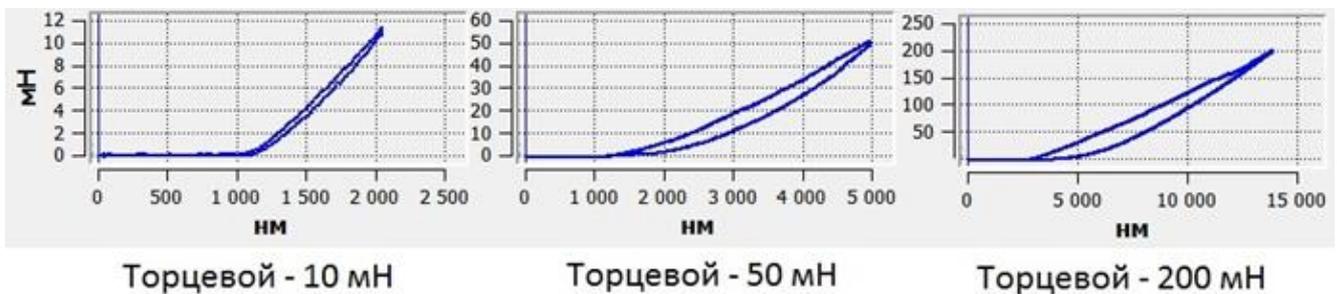


Рисунок 21 – кривые нагрузка-внедрение, полученные при индентировании в торцевой срез оси x_1

2.7.2 Применение метода инструментального индентирования в диапазоне нагрузок от 30 до 200 г

Основные результаты данного подраздела были получены совместно с, Гоголинским К.В., Сясько В.А., Шипша В.Г., Васильевым В.А. и изложены в работе [86].

В целях анализа поведения материала в более широком диапазоне нагрузок и установления зависимости E_r от нагрузки были проведены с использованием индентора Берковича серии индентирований с нагрузками 30, 60, 90, 110, 140, 170 и 200 г в поперечные срезы сечений осей x_1 , x_2 и z . В каждый торцевой срез было проведено по 10 индентирований для каждого значения нагрузки, затем определялось среднее значение.

Полученные зависимости измеренных в соответствии со стандартизованной методикой значений $E_r = f(P)$ приведены на рисунке 23. Из них следует, что с увеличением нагрузки индентирования измеряемые значения, соответствующие

продольному модулю упругости стержней уменьшаются в исследуемом диапазоне нагрузок. Однако, в случае повышения нагрузки до 110 г и выше, в области контакта с индентором может происходить хрупкое разрушение филаментов.

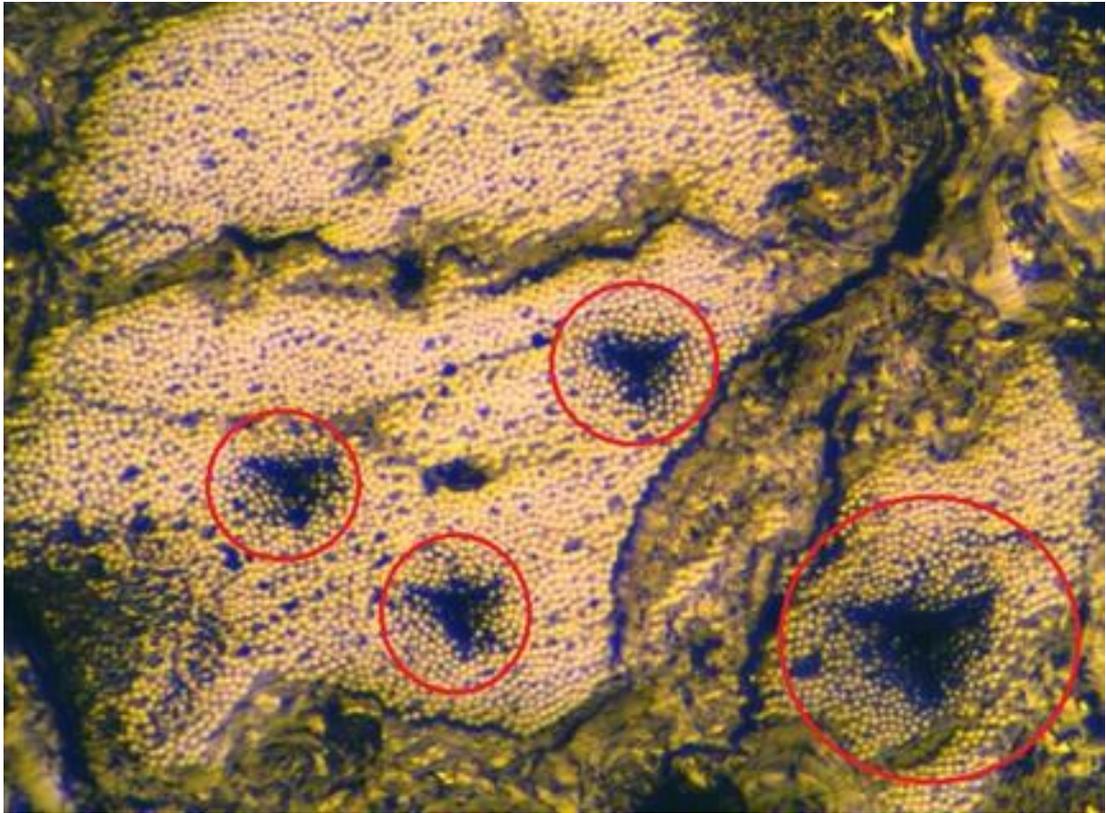


Рисунок 22 – Торцевой срез стержня с отпечатками индентора Берковича, полученные при нагрузке в 2 Н

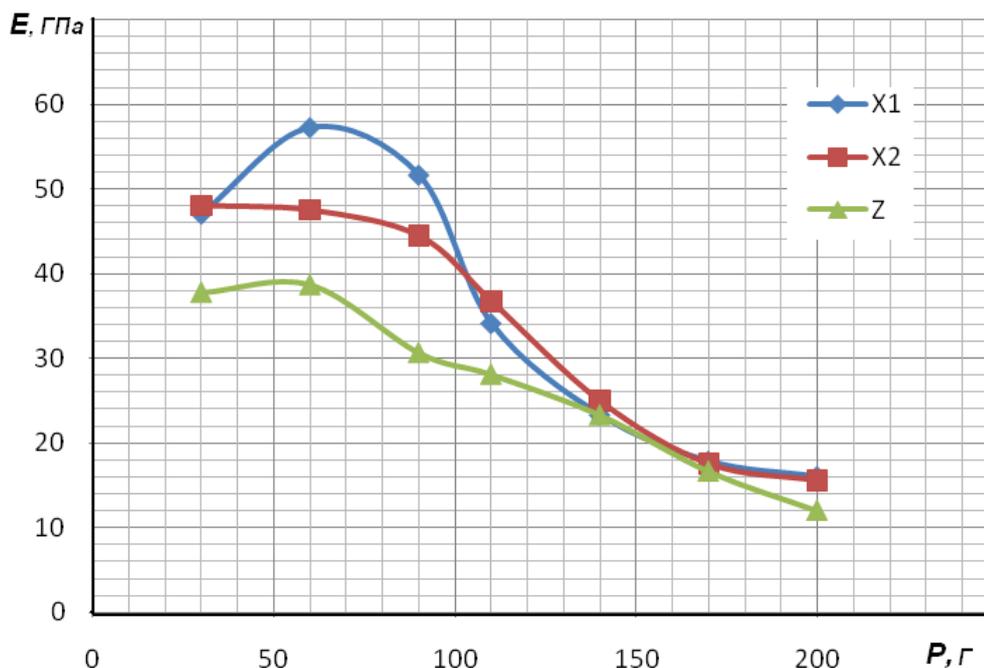


Рисунок 23 – Зависимость продольного модуля упругости E_r для стержней x_1 , x_2 и z УУКМ от нагрузки

Не смотря на достаточную корреляцию полученных экспериментальных данных с некоторыми источниками [20], применение текущей модели расчета механических свойств и стандартизированного алгоритма расчета для случая определения твердости и продольного модуля упругости стержней пространственно-армированных УУКМ, так как при индентировании в торцевой срез стержня индентором Берковича неизбежно происходит раздвигание филаментов под вершиной индентора (Рисунок 22, 24), не смотря на достаточно большой угол при вершине (146°), во всем диапазоне прикладываемых нагрузок, что не согласуется с основными положениями модели расчета модуля упругости по методу инструментального индентирования.

Анализ схемы нагружения стержня индентором и исследование образующихся при индентировании отпечатков при использовании пирамид Берковича показывает [84-86], что филаменты стержня испытывают как сжимающие, так и изгибающие нагрузки, что приводит к разрушению их касательными напряжениями и уплотнению фрагментов совместно с матрицей.

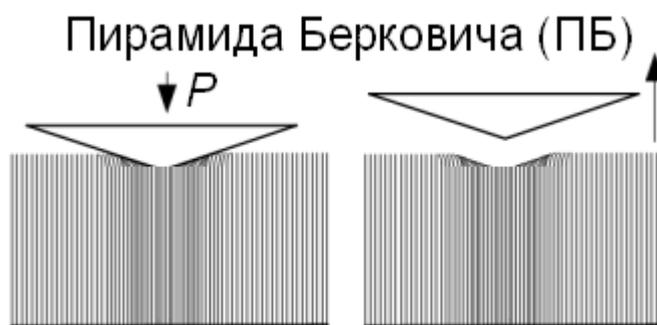


Рисунок 24 – схематическое изображение случая индентирования стержня УУКМ пирамидой Берковича

Описанные ранее дефекты (поры и трещины) и особенности структуры стержней УУКМ (пространственная анизотропия) не позволяют напрямую использовать общепринятый подход для определения модуля упругости при индентировании E_r . Применяемый в стандартизованном методе инструментального индентирования алгоритм расчета твердости и модуля упругости основан на математическом решении Снеддона для случая индентирования в однородное упругое полупространство. Однако, упруго-пластические деформации при индентировании в торцевой срез стержней УУКМ, в масштабе исследуемой области, не соотносятся с данной моделью.

Для уменьшения влияния структурной неоднородности и дефектности стержней, а также реализации более корректной с точки зрения решаемой задачи схемы нагружения при инструментальном индентировании предложено использовать плоский индентор в виде усеченного конуса с диаметром контактирующей поверхности 100 мкм. К тому же, применение индентора с плоской вершиной позволит исключить поправочные коэффициенты в расчетной модели, связанные с функцией формы индентора и уменьшить тем самым неопределенность результатов измерений [76].

Выводы к главе 2:

1. Рассмотрены особенности метода инструментального индентирования применительно к задачам измерения твердости и модуля упругости пространственно-армированных УУКМ.

2. Проанализированы независимые источники неопределенности результатов измерений и мешающих параметров, и способы их уменьшения их вклада в суммарную неопределенность результатов измерений.

3. Установлено, что часть источников неопределенности результатов измерений являются устранимыми программно-аппаратными средствами, а часть связаны с методикой расчета и являются принципиально неустраняемыми.

4. Предположено, что на расчет твердости и модуля упругости пространственно-армированных УУКМ могут существенно влиять шероховатость поверхности, контактная жесткость, особенности упруго-пластической деформации и анизотропия свойств, разработка алгоритма их учета позволит уменьшить неопределенность результатов измерений.

5. Проведены предварительные эксперименты, по результатам которых было предположено, что стандартизованный алгоритм расчета механических свойств не применим для случая индентирования в стержни пространственно-армированных УУКМ. Для уменьшения влияния структурной неоднородности и дефектности стержней, а также реализации более корректной с точки зрения решаемой задачи схемы нагружения при инструментальном индентировании предложено использовать плоский индентор в виде усеченного конуса.

Глава 3 Расчетно-теоретическое обоснование применения плоского индентора для контроля стержней пространственно-армированных УУКМ

3.1 Теоретическое обоснование применения индентора с плоской вершиной

Как было сказано выше, применяемый в стандартизованном методе инструментального индентирования алгоритм расчета твердости и модуля упругости основан на математическом решении для случая индентирования в однородное полупространство. Однако на основании теоретического и экспериментального анализа было предположено, что, упруго-пластические деформации при индентировании в торцевой срез стержней, в масштабе исследуемой области, не соотносятся с данной моделью. Описанные ранее дефекты (поры и трещины) и особенности структуры стержней УУКМ (пространственная анизотропия) существенно влияют на результаты измерений при индентировании пирамидой Берковича. Это не позволяет однозначно интерпретировать полученные в ходе экспериментов данные. Несмотря на наличие возможности выбора области проведения индентирования, часть результирующих кривых нагрузка-деформация отбраковывается ввиду наличия изломов на кривой нагружения, что может быть связано с попаданием индентора в скрытые внутренние дефекты (Рисунок 26). В виду высокого содержания пор и трещин в структуре материала количество таких кривых велико.

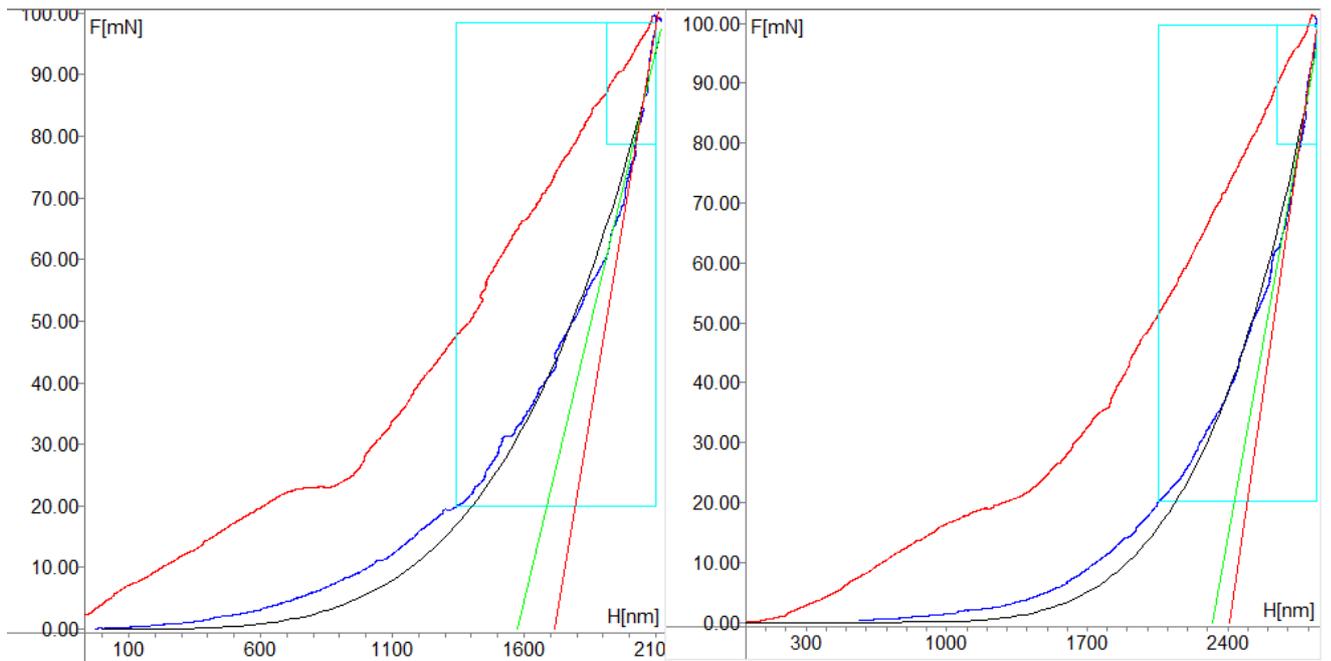


Рисунок 25 – Дефектные кривые, полученные при нагрузке 100 мН

При индентировании в торцевой срез стержня индентором Берковича филаменты стержня испытывают как сжимающие, так и изгибающие нагрузки, что неизбежно происходит раздвиганию филаментов под вершиной индентора и к разрушению их касательными напряжениями и уплотнению фрагментов совместно с матрицей (Рисунок 26 а).

Таким образом, описанные особенности структуры стержней УУКМ не позволяют напрямую использовать общепринятый подход для определения модуля упругости при индентировании E_r и твердости индентирования.

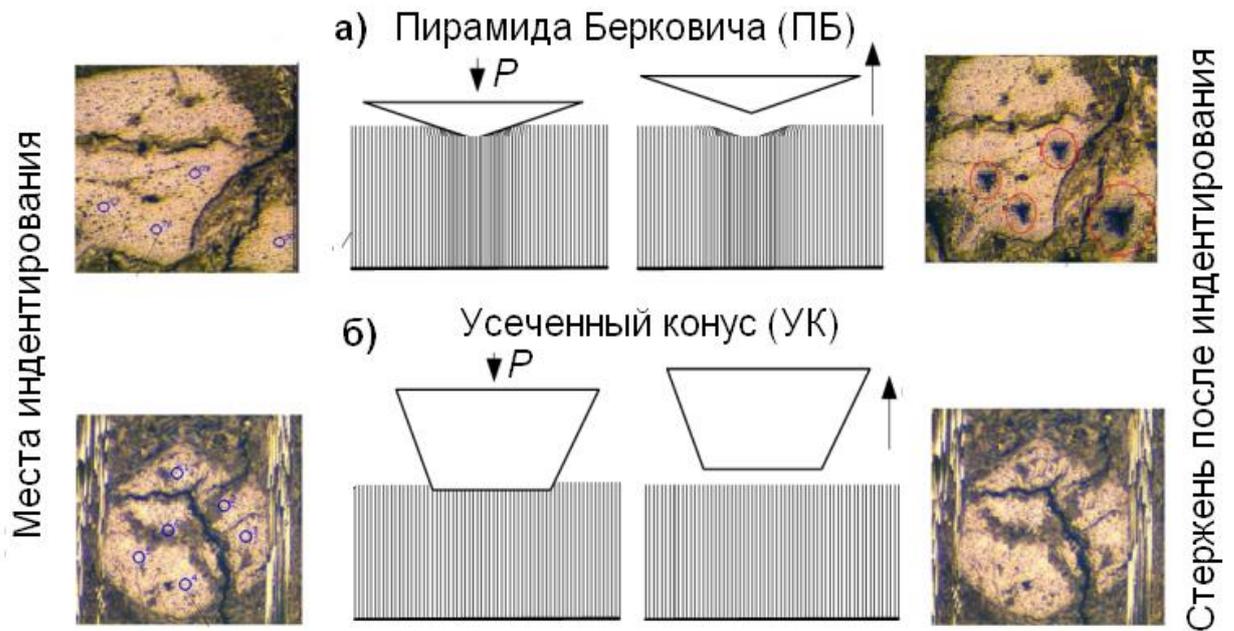


Рисунок 26 –Схема индентирования стержня УУКМ пирамидой Берковича (а) и усеченным конусом (б)

Для уменьшения влияния структурной неоднородности и дефектности стержней, а также реализации более корректной с точки зрения решаемой задачи схемы нагружения при инструментальном индентировании предложено использовать плоский индентор в виде усечённого конуса с диаметром контактирующей поверхности 100 мкм (Рисунок 26 б).

Одним из основных допущений описываемой методики можно считать тот факт, что формула, используемая для описания упругого восстановления однородного упругого полупространства, используется для описания поверхности испытываемого образца после процесса индентирования. А решения, полученные Снеддоном справедливы и для изначальной поверхности, и для поверхности после индентирования, с дополнениями в геометрии индентора, а именно в описании угла при вершине конического индентора и радиуса сферического индентора. В связи с существенным различием геометрических форм сферы и конуса, был сделан вывод о том, что их математическое описание может быть справедливо для других инденторов, имеющих осевую симметрию.

Так как усеченный конус является осесимметричным индентором, измерив начальную упругую разгрузку и предполагая, что величина контактной зоны

равна площади плоской вершины индентора, мы можем определить модуль E_r из формулы:

$$S = \frac{dP}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A}, \quad (22)$$

где, $S = \frac{dP}{dh}$ жесткость верхнего участка кривой разгрузки, определенная в ходе эксперимента, E_r приведенный модуль упругости, A площадь контакта индентора с поверхностью, рассчитанная из функции формы индентора на глубине внедрения.

В предыдущих работах считалось, что соотношение (22) справедливо для случая применения конического индентора. Экспериментальные исследования доказали применимость соотношения (22) справедливо и для инденторов в форме сферы и цилиндра. Позднее Оливер и Фарр расширили данный вывод, доказав что соотношение применимо для любого индентора, который можно описать вращением гладкой функции. [6]. Для жестких и нежестких плоских инденторов радиус пятна контакта является постоянным, пренебрегая любыми локализованными деформациями материала индентора по его краям, можно считать что постоянно и среднее контактное давление при заданной нагрузке P .

Прикладываемая к образцу нагрузка индентором в форме цилиндра рассчитывается из соотношения (3). Подставляя в соотношение функцию формы цилиндрического индентора $A = \pi a^2$, где a это радиус индентора на глубине внедрения h , получаем:

$$\frac{dP}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{\pi a^2} \quad (23)$$

Проинтегрировав, получим зависимость:

$$P = 2E_r a h, \quad (24)$$

Полученная зависимость справедлива для случая индентирования индентором в форме цилиндра с плоской вершиной с радиусом a , который постоянен во всем диапазоне глубин внедрения h (Рисунок 9) [69].

В случае индентирования стержня индентором с плоской вершиной, участок индентирования испытывает в основном сжимающие напряжения и

область распространения деформации локализована вблизи области контакта индентора с поверхностью, что существенно отличается от случая измерения индентором Берковича (Рисунок 27) [69]. С учетом диаметра стержня $\sim 0,5-0,6$ мм и наличия дефектов в структуре стержня, такой подход позволит проводить оценку свойств стержней, с учетом их неоднородности в области контакта.

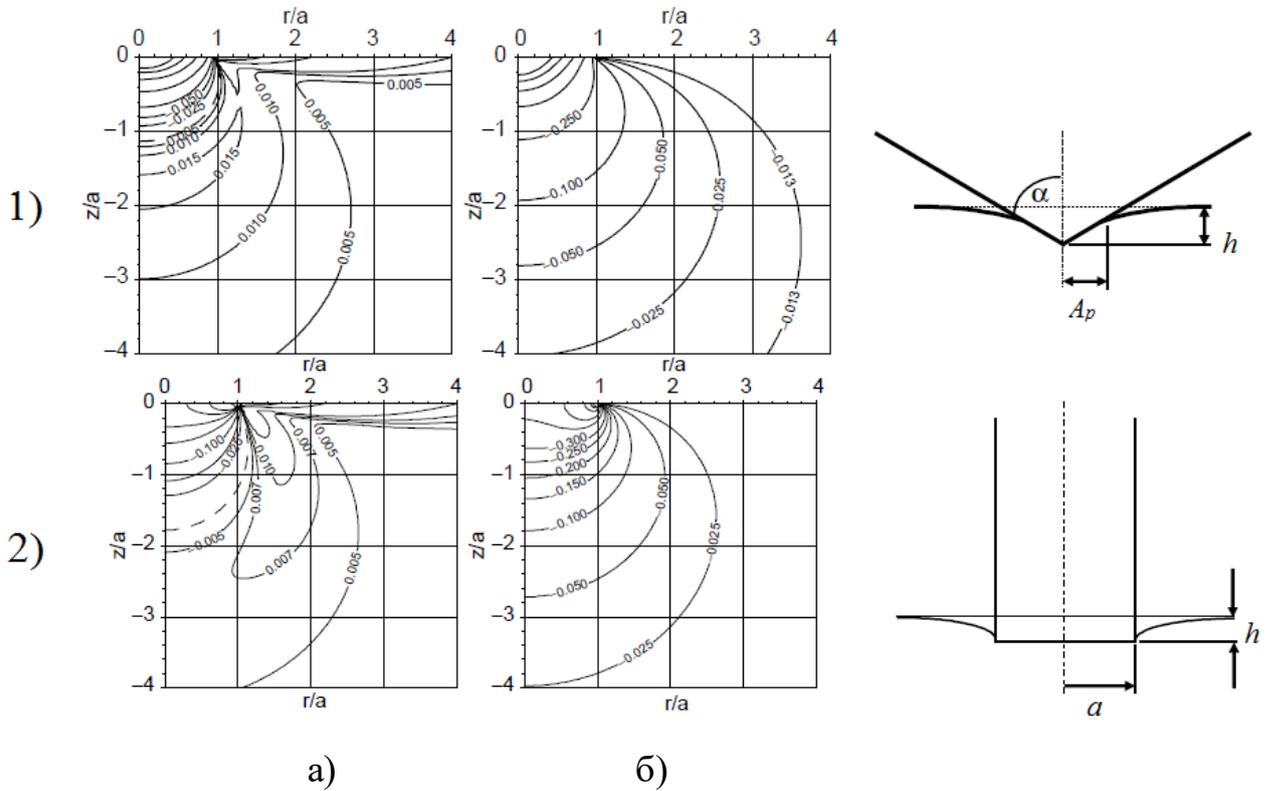


Рисунок 27 – Линии постоянных напряжений под индентором для индентора Берковича (1) и для цилиндра с плоской вершиной (2). а) нормальные напряжения по оси X, б) гидростатическое сжатие.

Таким образом, применение усеченного конуса для решения задачи индентирования в стержни УУКМ позволит реализовать в основном упругую сжимающую деформацию в зоне индентирования, учесть структурную неоднородность стержней и получать за счет этого физически обоснованные значения модуля упругости стержней УУКМ. Однако, для лучшего понимания специфики взаимодействия плоского индентора и стержней УУКМ необходимо построить расчетно-теоретическую модель взаимодействия плоского индентора со стержнем в структуре пространственно-армированного УУКМ.

3.2 Расчетно-теоретическая модель взаимодействия плоского индентора со стержнем в структуре УУКМ

Для решения задачи взаимодействия плоского индентора в стержень пространственно-армированного УУКМ необходимо решение задачи давления жесткого штампа на упругое полупространство.

В ходе решения задачи для точек площади контакта необходимо найти напряжения или перемещения как заранее неизвестные сложные функции нагрузки, геометрии и материала контактирующих тел.

В случае внедрения твердого индентора с плоской вершиной с радиусом a в однородное упругое полупространство распределение давления описывается как:

$$p = p_0 \left(1 - \frac{r^2}{a^2} \right)^{\frac{1}{2}}, \quad p_0 = \frac{1}{\pi} E \cdot \frac{h}{a} \quad (25)$$

Соотношение между глубиной внедрения h и нормальной нагрузкой определяется из формулы:

$$F = 2aE \cdot h \quad (26)$$

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1 - \nu_1^2}{E_1} + \frac{1 - \nu_2^2}{E_2} \quad (27)$$

где, E_1 и E_2 - модули упругости (Юнга), ν_1 и ν_2 – коэффициенты Пуассона обоих тел.

Основным методом расчета контактной задачи является расширенный метод Лагранжа. Данный метод позволяет найти решение путем замены исходной задачи условной последовательностью неограниченных подзадач и находится в классе методов условной оптимизации. Также он известен как метод множителей, расширенный метод Лагранжа представляет явные оценки множителей Лагранжа на каждом шаге [88].

Расширенный метод Лагранжа основан на последовательной минимизации функции L_A по x , с обновлениями λ . Алгоритм расширенного метода Лагранжа ограниченной задачи оптимизации вычисляет x_{k+1} в качестве приближенной минимизирующей подзадачи:

$$\min \{L_A(x, \lambda_k; \nu_k) : l \leq x \leq u\}, \quad (28)$$

где

$$L_A(x, \lambda, \nu) = f(x) + \sum_{i \in \varepsilon} \lambda_i c_i(x) + \frac{1}{2} \sum_{i \in \varepsilon} \nu_i c_i^2(x) \quad (29)$$

включает в себя только ограничения равенства. Обновление множителей обычно принимает форму:

$$\lambda_i \leftarrow \lambda_i + \nu_i c_i(x_k) \quad (30)$$

Этот подход является относительно легко осуществимым, так как главной вычислительной операцией на каждой итерации является минимизация гладкой функции L_A по x при условии их связанных ограничений.

Целью математического моделирования контакта плоского индентора с армирующим стержнем УУКМ является получение данных об упругой деформации и распределении контактного давления в зоне контакта индентора и стержня, а также в зоне контакта стержня и матрицы с использованием программного модуля ANSYS/Mechanical. Задача решается в осесимметричной двумерной постановке.

В ходе рассматриваемого процесса под воздействием кинематического возбуждения (для улучшения сходимости расчета), необходимого для достижения в зоне контакта максимальной силы в 2,9 Н, в течении 5 секунд происходит контакт индентора и стержня, и контакт стержня и матрицы. Индентор представляет собой усеченный конус с углом при вершине 110° и диаметром плоского штампа 100 мкм.

Стержень и матрица представлены прямоугольной формой с граничными условиями на неконтактных поверхностях.

Свойства материала индентора (алмаз):

- модуль упругости $E = 1 \times 10^{12}$ Па,
- коэффициент Пуассона $\nu = 0,046$.

Свойства стержня и матрицы были взяты средними по данным из [20].

Свойства материала стержня:

- модуль упругости $E = 3,5 \times 10^{10}$ Па,
- коэффициент Пуассона $\nu = 0,25$.

Свойства материала матрицы:

- модуль упругости $E = 9,5 \times 10^9$ Па,
- коэффициент Пуассона $\nu = 0,34$.

Коэффициент трения индентора по стержню был выбран равным 0,1.

Конечно-элементная модель включает 8-узловые элементы PLANE183, имеющие квадратичное представление перемещений, с помощью которых можно моделировать нерегулярные сетки. Восемь узлов в этом элементе имеют две степени свободы в каждом узле: перемещения в направлении осей X и Y узловой системы координат. Данный элемент может применяться для моделирования осесимметричного напряженного состояния или для моделирования плоского деформированного состояния, плоского напряженного состояния и обобщенного плоского деформированного состояния. Элемент имеет свойства гиперупругости, пластичности, ползучести, увеличения жесткости при наличии нагрузок, больших деформаций и больших перемещений. Применение элементов PLANE183 позволяет получить более точные результаты и смягчить нерегулярность разбивки без потери точности [89].

Контакт стержня и индентора моделируется элементами CONTA175 для индентуруемой поверхности, и элементами TARGE169 для твердого штампа, чтобы смоделировать контакт между двумя поверхностями с учетом трения [89].

Элемент TARGE169 используется для предоставления двухмерных ответных поверхностей и связи с контактными элементами. Данная поверхность разделяется на набор ответных элементов и связана с элементами контактной поверхности общим набором геометрических характеристик. К элементам ответной поверхности могут прикладываться угловые или линейные перемещения, а так же моменты и усилия [89].

Элемент CONTA175 используется для предоставления контакта и скольжения между двумя поверхностями в двухмерном или в трехмерном

пространства. Он располагается на поверхностях объемных элементов, оболочек и балок. Когда внедряется контактный узел в элемент ответной поверхности, происходит контакт. Определяются касательные напряжения трения [89].

Контакт стержня и матрицы моделируется элементами CONTA175 для матрицы и элементами TARGE169 для стержня, чтобы смоделировать контакт между двумя поверхностями с учетом полного сцепления тел. Для решения нелинейной контактной задачи используется расширенный метод Лагранжа.

Общий вид конечно-элементной модели в недеформированном состоянии представлен на рисунке 28.

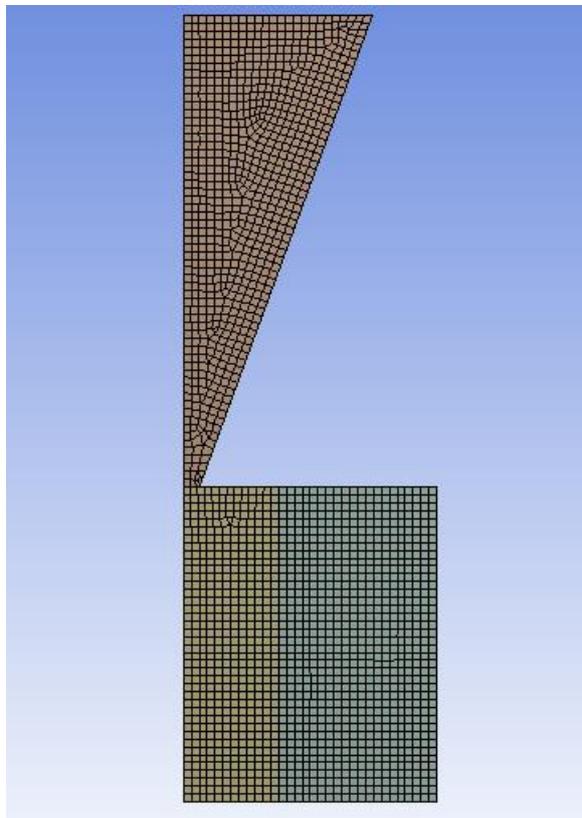


Рисунок 28 – Общий вид модели в недеформированном состоянии

Основными параметрами, необходимыми для последующего анализа являются глубина внедрения индентора, контактное давление в области индентирования и нагрузка, прикладываемая к индентору, данные о которых представлены в таблице 6.

Таблица 6 – Расчетные значения нагрузки, глубины внедрения индентора в стержень и среднего контактного давления в зоне контакта индентора и стержня.

Глубина внедрения, мкм	Контактное давление, Па	Нагрузка, Н
2,9883e-14	5,5387e-005	3,25E-14
1,3471	5,4917e+008	0,177
4	8,86E+08	0,554
6,6671	2,90295e+009	0,96
9,3071	4,2127e+009	1,37
12	5,5727e+009	1,771
14,667	6,9874e+009	2,176
17,347	8,458e+009	2,584
20,076	9,9612e+009	2,9

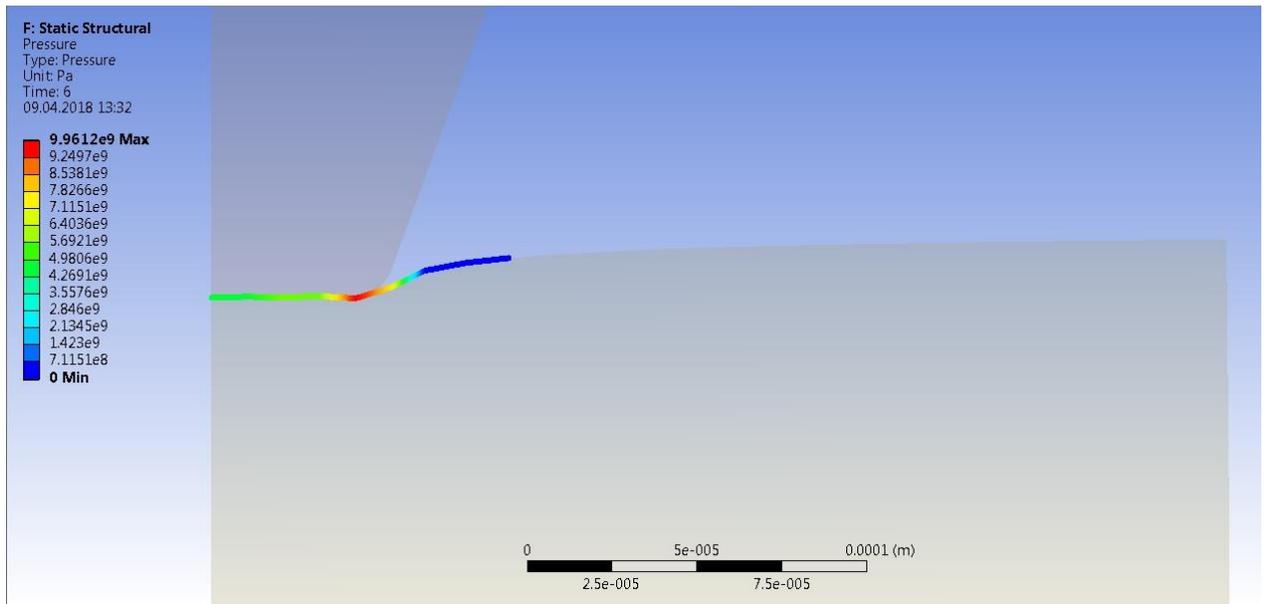


Рисунок 29 – Распределение контактного давления под индентором при нагрузке 2,726 Н

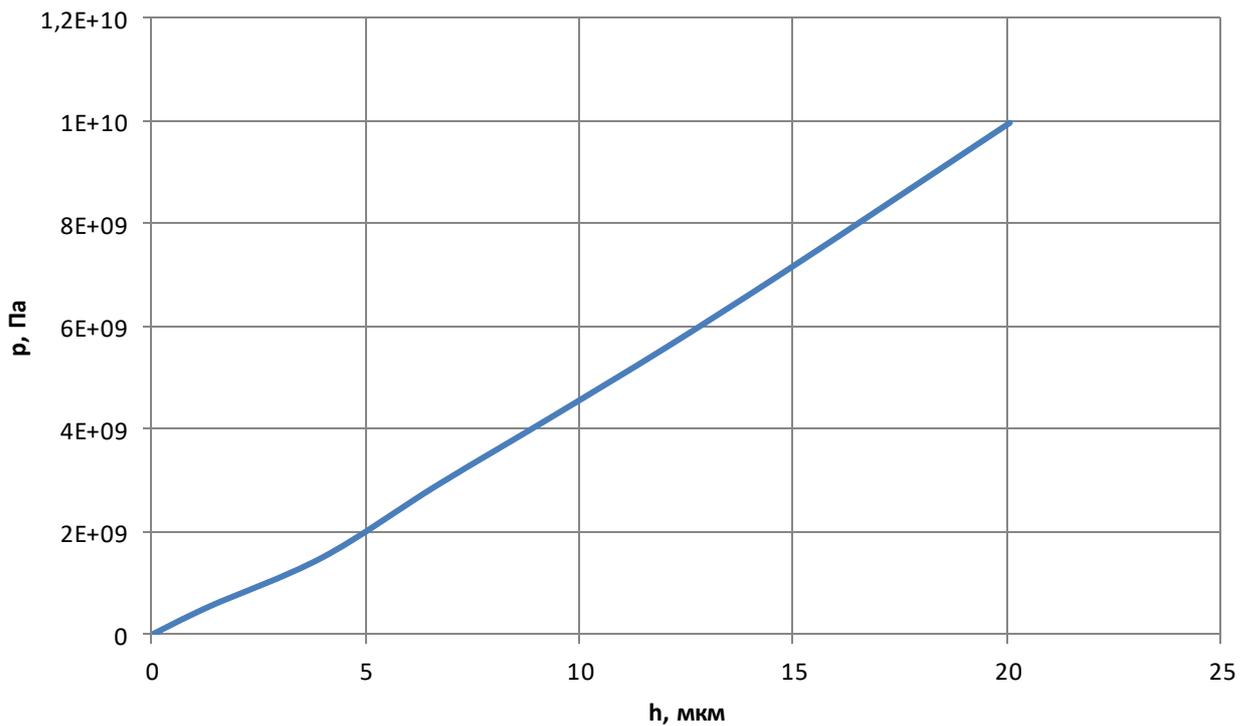


Рисунок 30 – Зависимость контактного давления под индентором от глубины внедрения

Для иллюстрации процесса упруго-пластической деформации в ходе индентирования и распространения деформации, на рисунках 29 и 30 представлено распределение контактного давления под индентором и график

зависимости от глубины внедрения, на рисунках 31-38 представлено состояние системы индентор-стержень-матрица покадрово в каждой точке нагрузки.

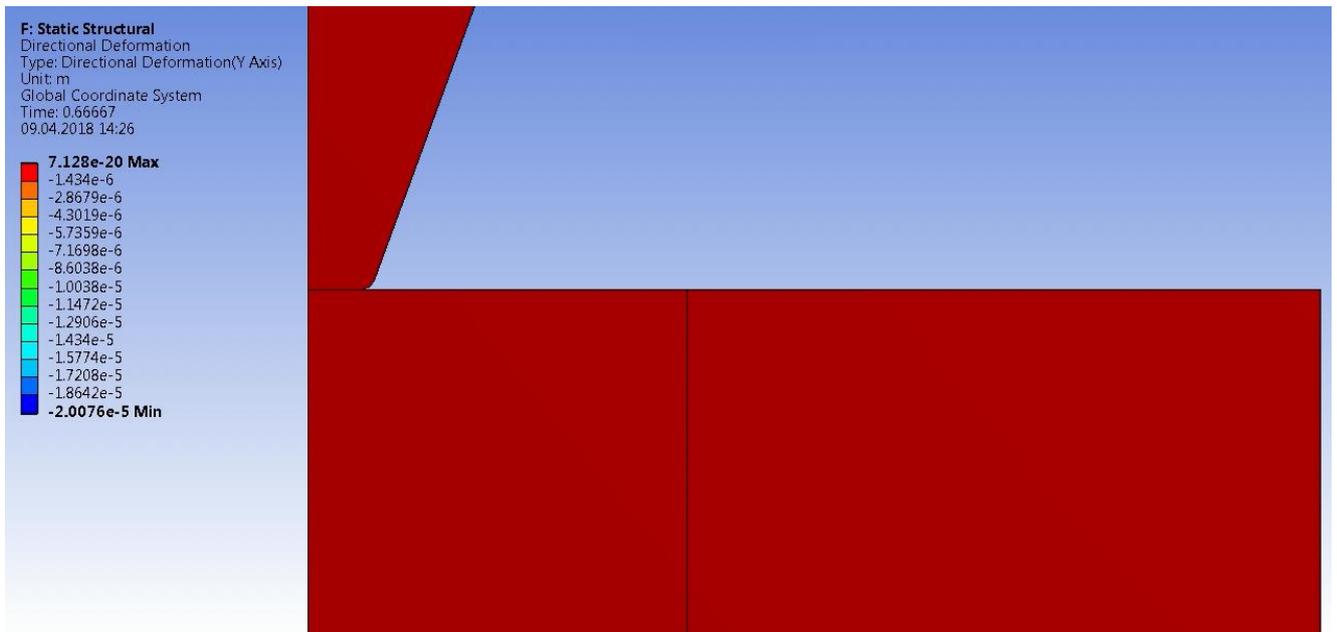


Рисунок 31 – Состояние системы при отсутствии нагрузки на индентор

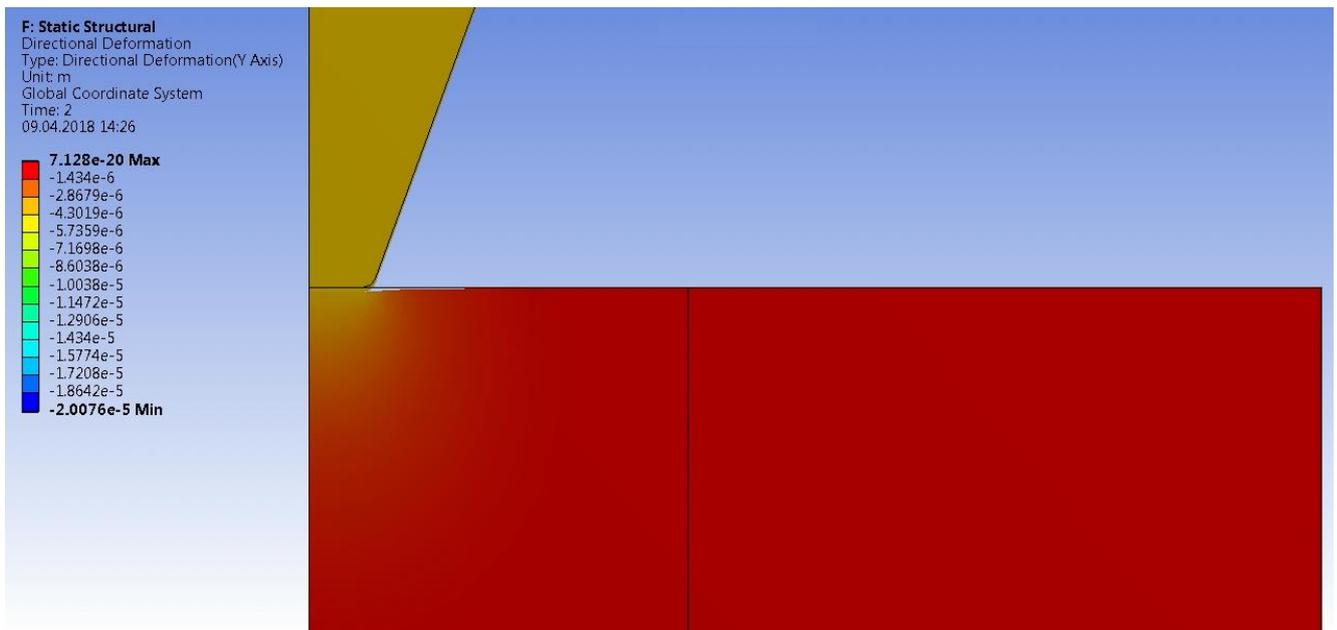


Рисунок 32 – Состояние системы при нагрузке 0,554 Н

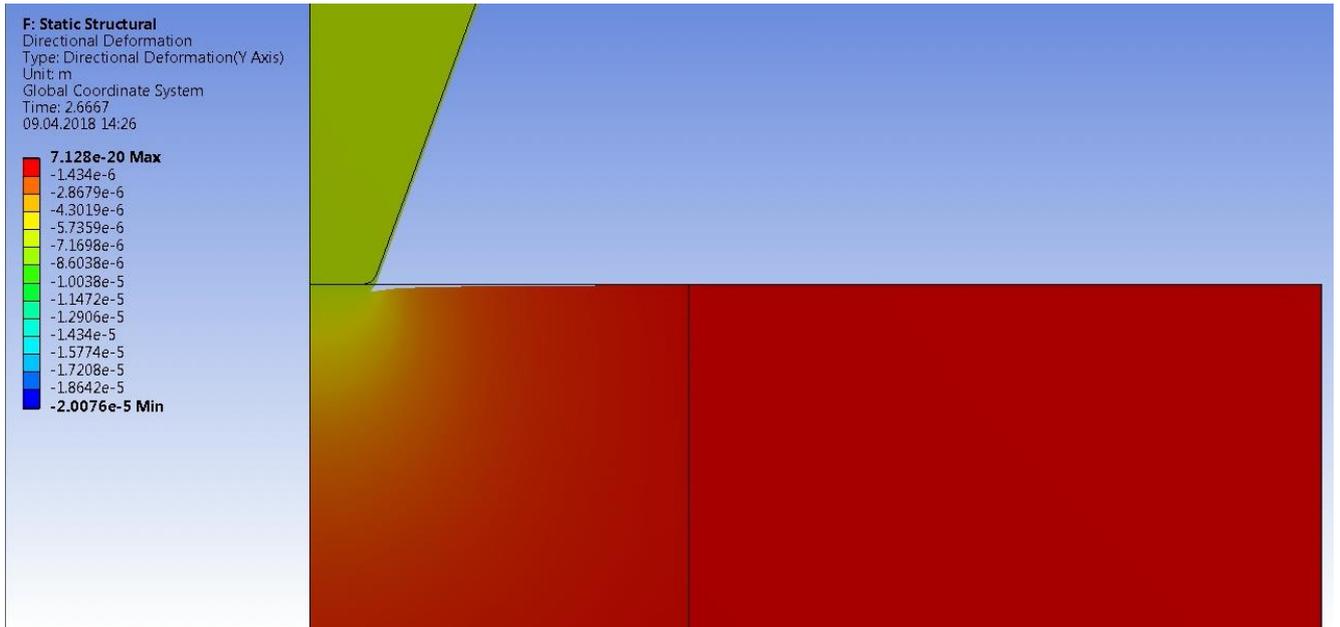


Рисунок 33 – Состояние системы при нагрузке 0,96 Н

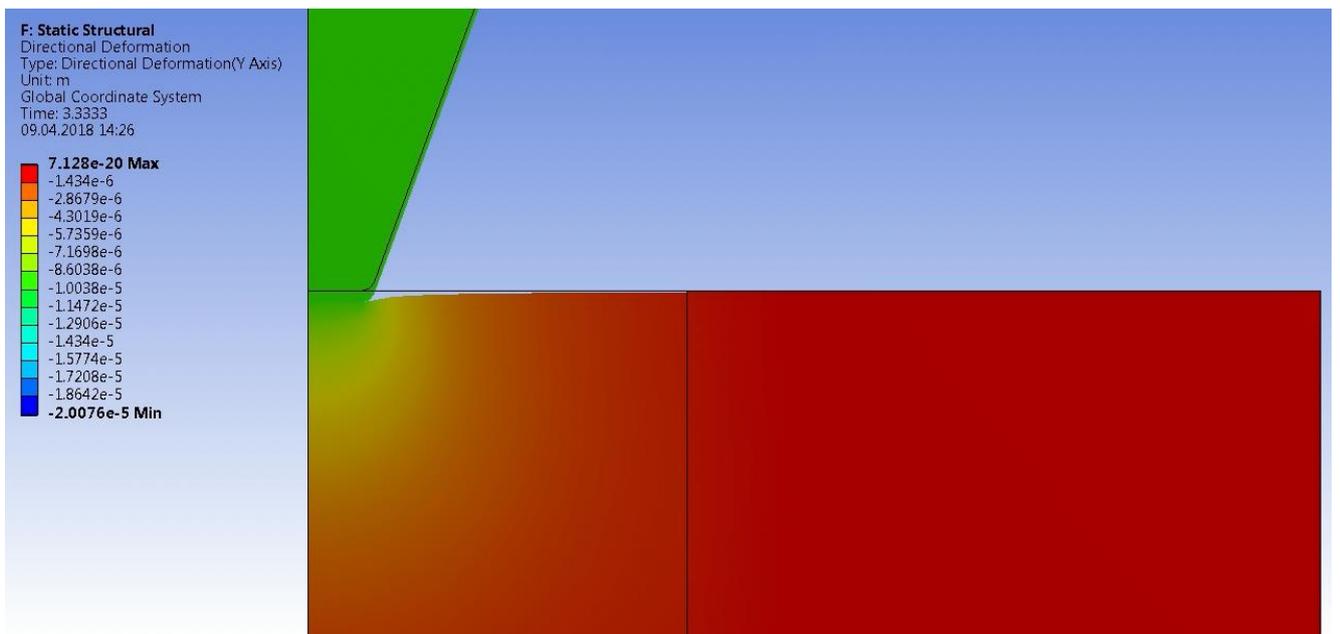


Рисунок 34 – Состояние системы при нагрузке 1,37 Н предельное значение нагрузки, при которой отсутствует деформация матрицы

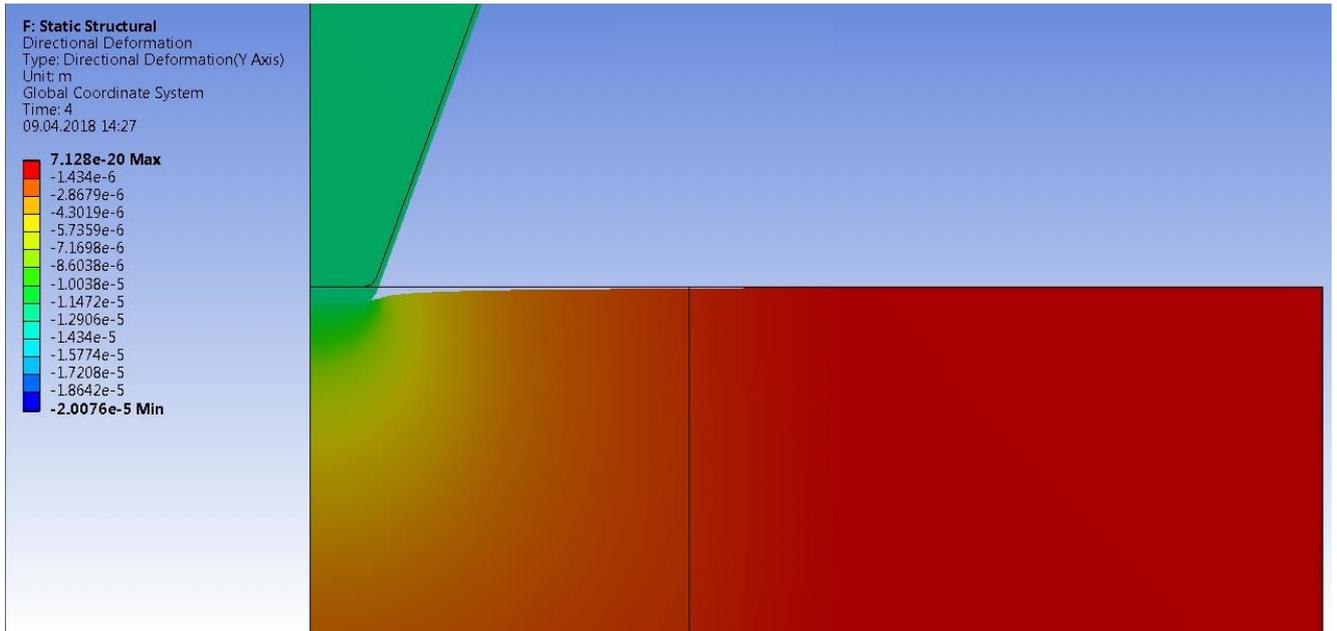


Рисунок 35 – Состояние системы при нагрузке 1,771 Н

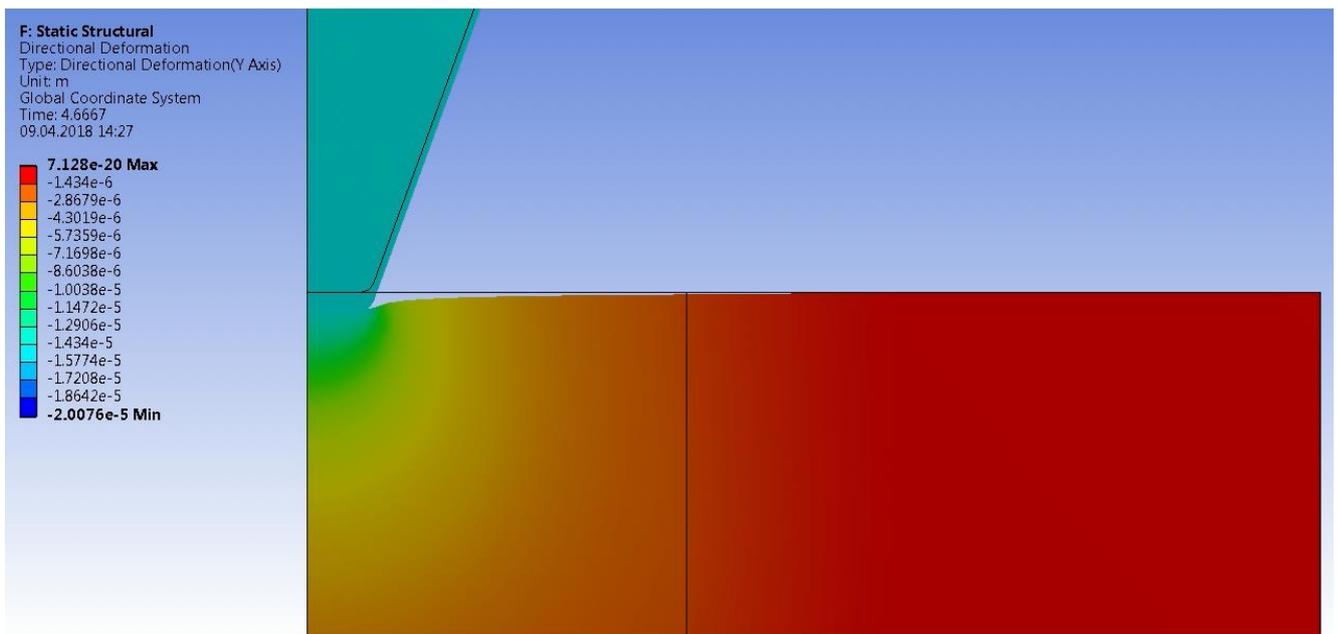


Рисунок 36 – Состояние системы при нагрузке 2,176 Н

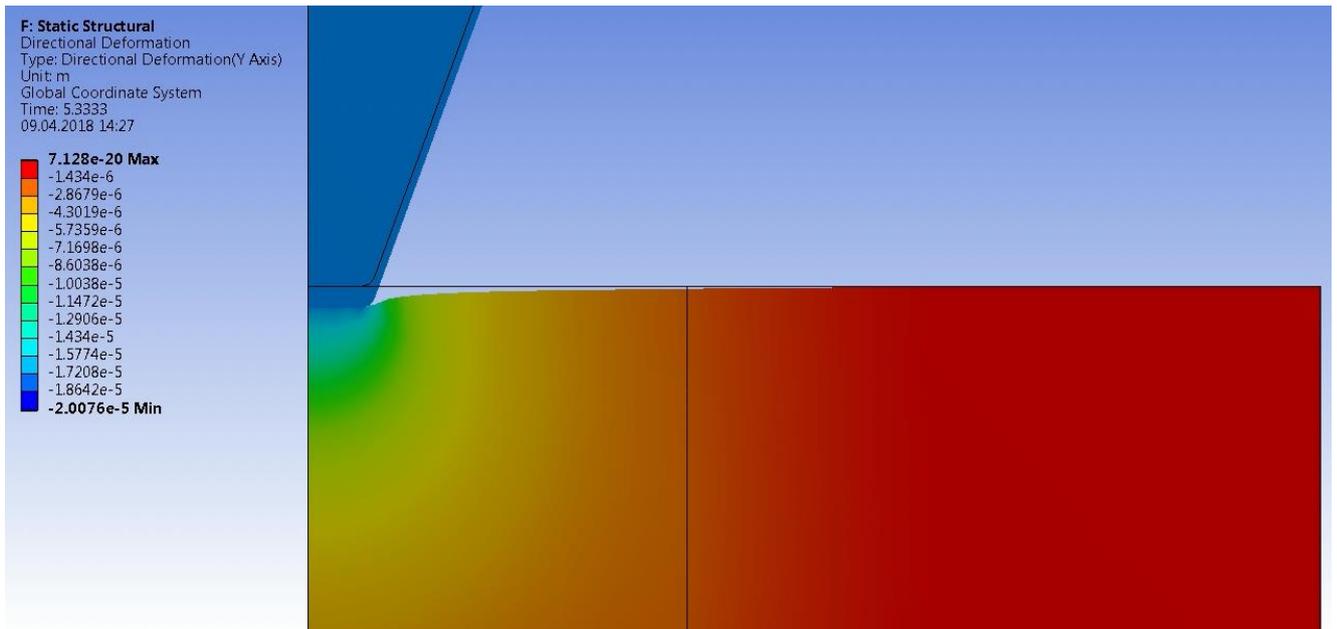


Рисунок 37 – Состояние системы при нагрузке 2,584 Н

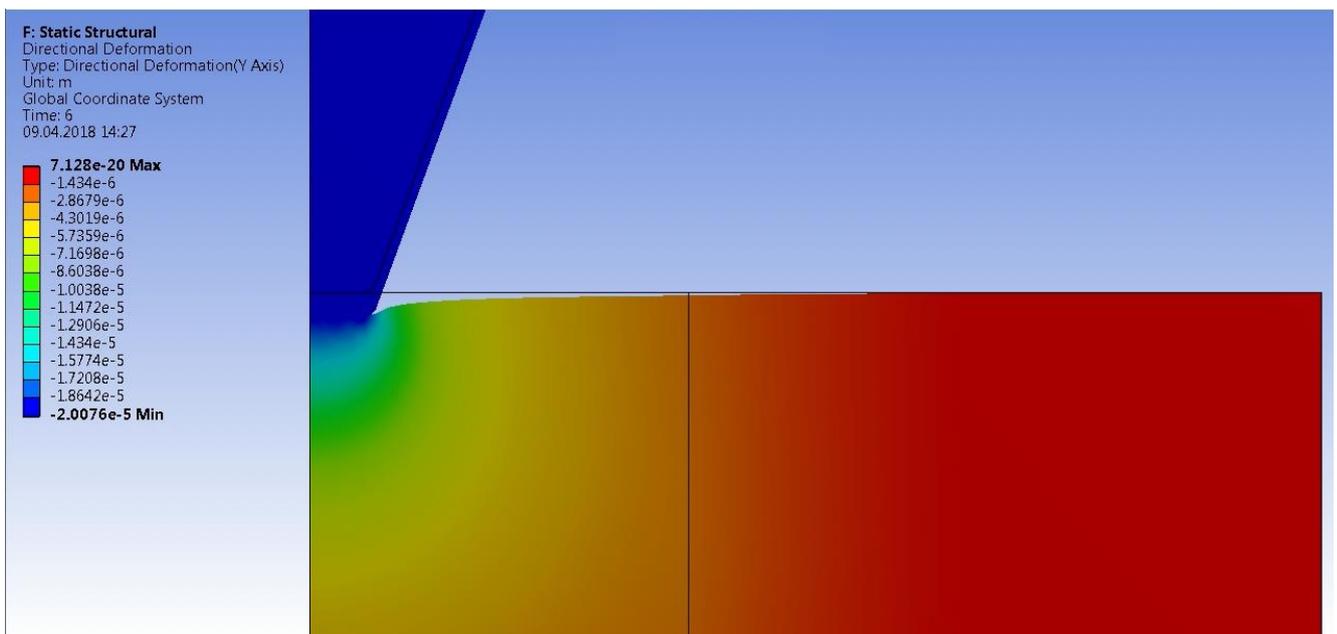


Рисунок 38 – Состояние системы при нагрузке 2,9 Н

Исходя из результатов конечно-элементарного моделирования видно, что в диапазоне нагрузок от 0 до 1,37 Н (Рисунок 31-34) область распространения деформации под индентором находится в границах стержня УУКМ. Дальнейшее повышение нагрузки приводит к тому, что область распространения деформации постепенно начинает затрагивать границы матрицы, вызывая ее деформацию (смещение по оси Y) совместно со стержнем. При достижении максимальной

нагрузки в 2,9 Н деформация матрицы относительно ее начального положения на границе стержень-матрица составляет порядка 2,5 мкм.

Полученные результаты вычислений представлены на диаграмме нагрузка-внедрение процесса нагружения (Рисунок 39). На участке от 0 до 1,37 Н зависимость определяется взаимодействием индентора со стержнем, влияние матрицы отсутствует. Нелинейное возрастание нагрузки от внедрения объясняется тем, что упругой деформации подвергается не только пространство в стержне непосредственно под областью контакта с индентором, но и вокруг нее. Полученная зависимость описывается полиномом второй степени. На участке выше нагрузки 1,37 Н до нагрузки 2,5 Н происходит дальнейшее увеличение объема упруго деформированного стержня с одновременным вовлечением в процесс деформирования материала матрицы с низким значением модуля упругости. Это приводит к изменению характера зависимости. После нагрузки в 2,5 Н наблюдается излом зависимости в связи с возрастающей степенью влияния матрицы на результаты экспериментов.

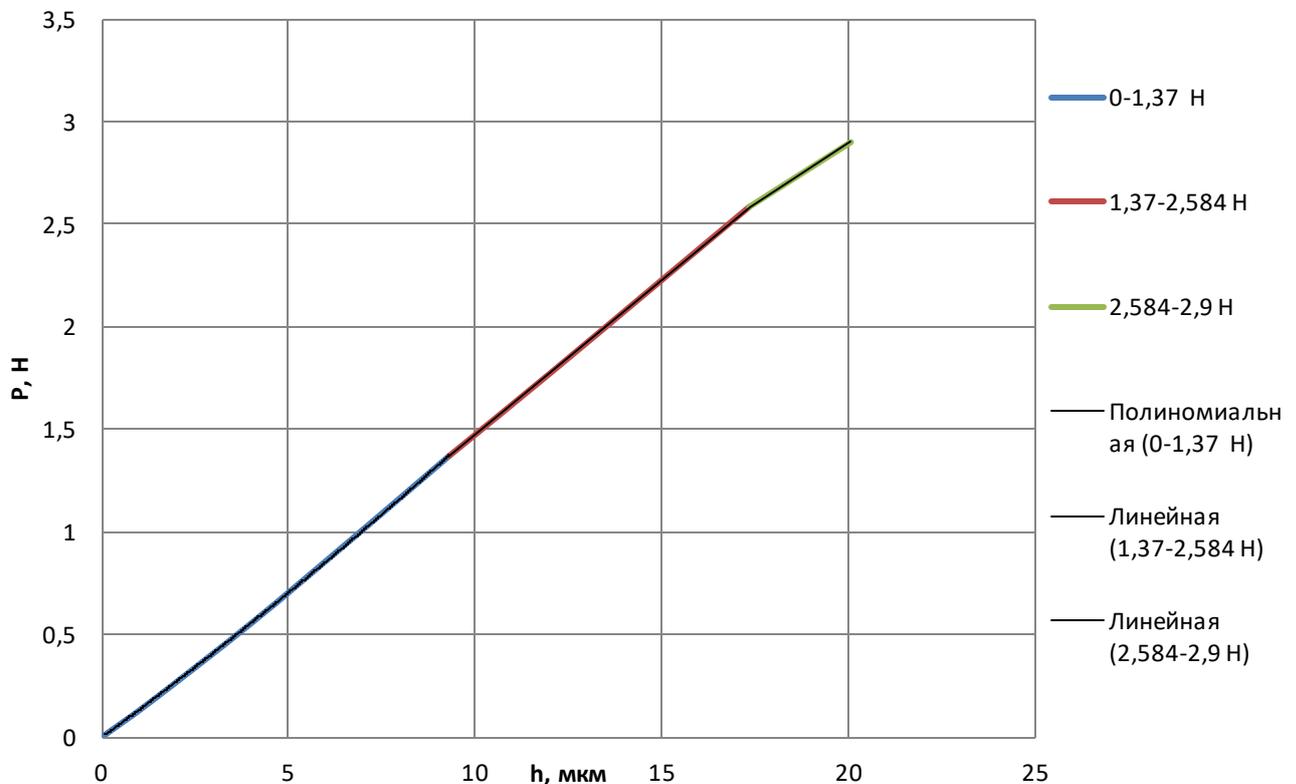


Рисунок 39 – Диаграмма нагрузка-внедрение для процесса нагружения

Таким образом, решение поставленной задачи позволило сделать выводы:

- Для измерения локальных механических свойств стержня пространственно-армированных УУКМ в матрице прикладываемая в ходе испытаний нагрузка не должна превышать определенное значение, которое для выбранных в представленной расчетной модели параметров находится в диапазоне от 0 до 1,37 Н.

- Для измерения локальных механических свойств ячейки стержень+матрица необходимо прикладывать нагрузку больше 2,5 Н.

Прочность пространственно-армированных УУКМ зависит от ряда физико-химических и технологических факторов, которые зачастую тесно связаны друг с другом. Одну из главных ролей в обеспечении прочности пространственно-армированных композитов играет степень адгезионного взаимодействия системы «стержень-матрица» в элементарной ячейке композита. От степени адгезионного взаимодействия зависит степень вклада прочностных характеристик стержней в прочность УУКМ и вид механизма разрушения материала.

Нарушение технологического процесса производства пространственно-армированных УУКМ может приводить к тому, что матрица может недостаточно пропитывать стержни. Недостаточная пропитка стержней ведет к уменьшению степени адгезионного взаимодействия и, соответственно, влияет на прочностные и механические характеристики композита.

Для расширенного понимания взаимодействия системы стержень-матрица, было решено произвести моделирование процесса внедрения плоского индентора в систему стержень-матрица для системы с уменьшенной степенью адгезионного взаимодействия. В представленной математической модели степень адгезионного взаимодействия задается коэффициентом трения между стержнем и матрицей. Для решения задачи коэффициент трения был уменьшен на порядок до значения 0,01 для получения качественного сравнения различных состояний исследуемого материала. Достоверные данные о коэффициенте трения на границе стержень-матрица для УУКМ, полученных с нарушением технологии, отсутствуют.

Из результатов моделирования следует, что в диапазоне нагрузок до 1,67 Н система стержень-матрица ведет себя аналогично с полученными ранее данными. Однако, с возрастанием нагрузки более 1,67 Н происходит «отрыв» стержня от матрицы и постепенное его смещение, что видно по рисункам 40 и 41. Смещение стержня относительно матрицы при максимальной нагрузке в 2,9 Н составило 100 нм.

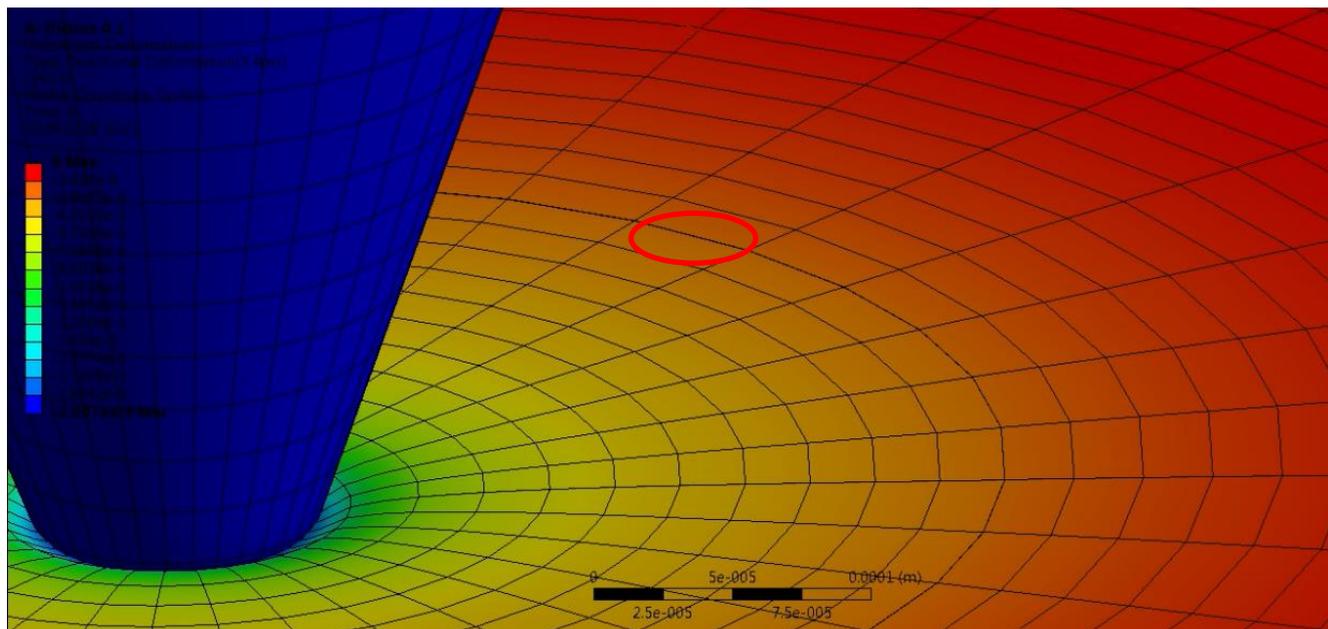


Рисунок 40 – Трехмерное изображение системы стержень-матрица при максимальной нагрузке

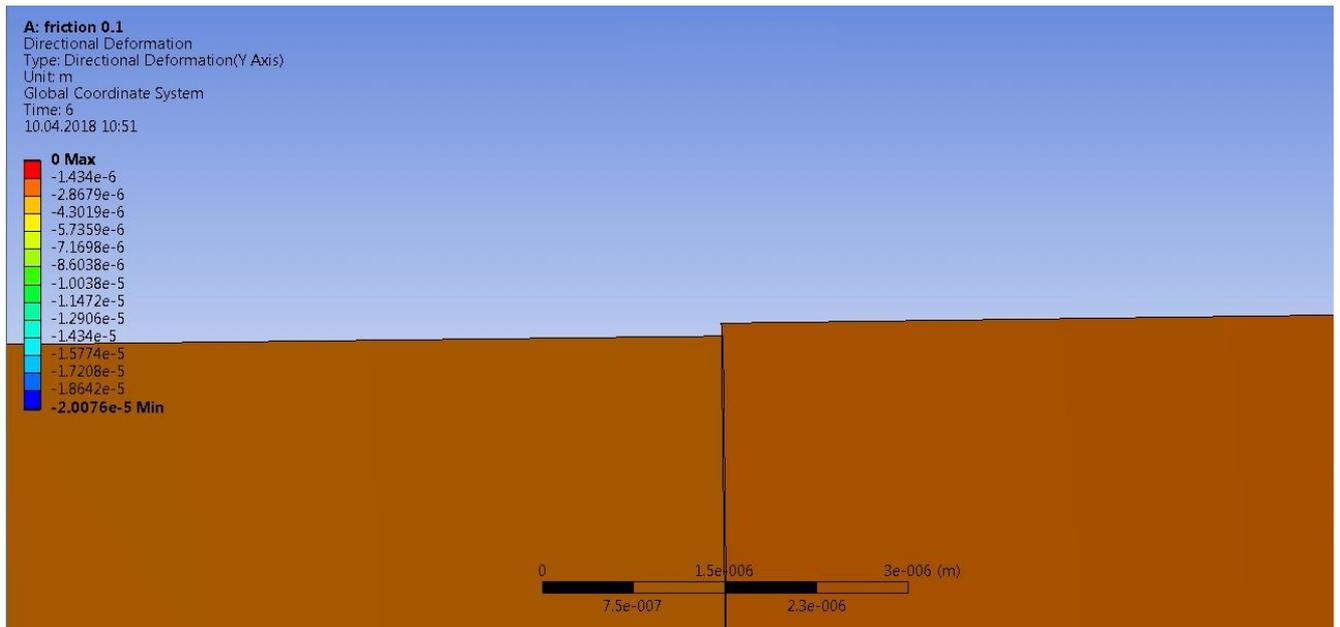


Рисунок 41 – Поперечный срез системы стержень-матрица при максимальной нагрузке, высота «ступеньки» 100 нм

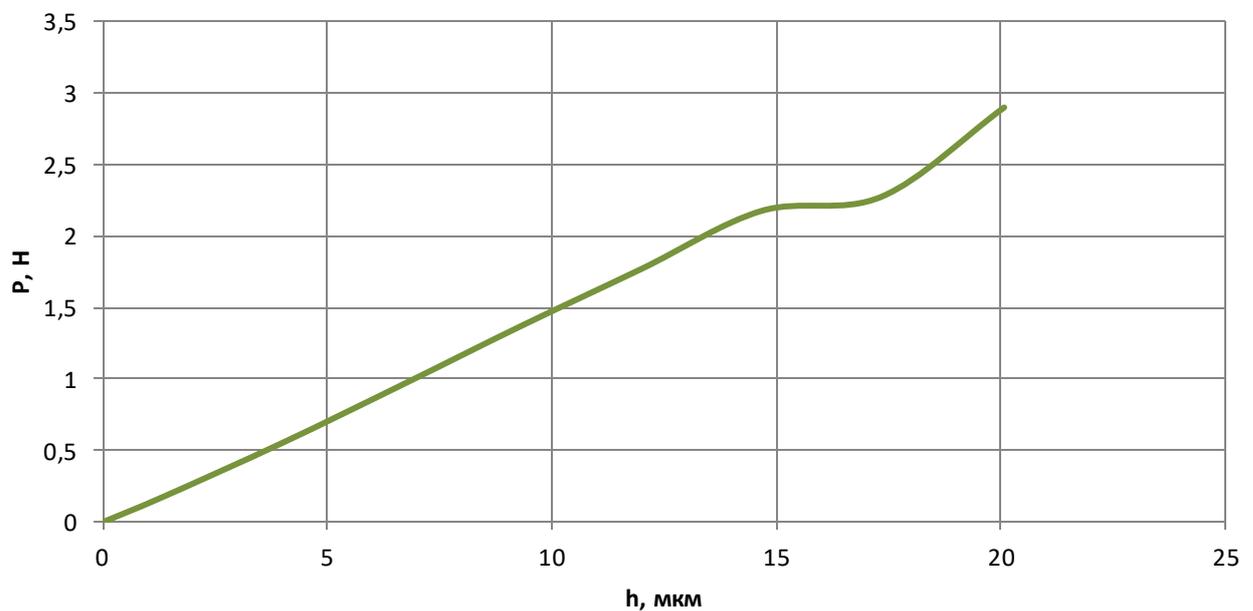


Рисунок 42 – Диаграмма нагрузка-внедрение для процесса нагружения

Полученные данные могут свидетельствовать о том, что для образцов, произведенных с нарушением технологии, при достижении определенной нагрузки происходит срыв стержня относительно матрицы, приводящий к увеличению глубины внедрения при постоянной нагрузке, что хорошо видно на

рисунке 42. Дальнейший характер кривой нагружения отличается от характера кривой нагружения до нагрузки в 1,37 Н.

В ходе решения поставленной задачи был выдвинут ряд предположений, описывающих взаимодействие стержня и матрицы в структуре УУКМ при индентировании их плоским индентором. Для подтверждения правильности предложенной модели и принятых допущений необходимо произвести экспериментальную проверку полученных результатов.

Выводы к главе 3:

1. Рассмотрены особенности и обосновано применение инденторов с плоской вершиной для решения задачи индентирования в неоднородную структуру стержня УУКМ.

2. Построена физико-математическая пространственно-временная модель внедрения индентора с плоской вершиной в элементарную ячейку УУКМ стержень-матрица и произведен ее расчет с использованием метода конечных элементов.

3. Для решения задачи измерения локальных механических свойств стержня в составе УУКМ по результатам моделирования определены границы упругого взаимодействия индентора со стержнем без влияния матрицы. Для принятых расчетных параметров модели прикладываемая в ходе испытаний нагрузка должна лежать в диапазоне от 0 до 1,37 Н.

4. Для решения задачи измерения локальных механических свойств ячейки стержень+матрица в составе УУКМ по результатам моделирования определены нагрузки, при которых происходит совместное упругое деформирование стержня и матрицы. Для принятых расчетных параметров модели необходимо прикладывать нагрузку больше 2,5 Н.

5. Предложенная модель позволяет прогнозировать смещение стержня относительно матрицы при критических нагрузках из-за плохого адгезионного взаимодействия стержня с матрицей (малом значении коэффициента трения). Данная методика может быть использована для контроля качества изготовления

(спекания) УУКМ. Для принятых расчетных параметров модели постепенное смещение стержня относительно матрицы происходит при нагрузках от 2 Н.

Глава 4 Экспериментальное обоснование применения плоского индентора для контроля стержней пространственно-армированных УУКМ

В данном подразделе приведены результаты, полученные совместно с Гоголинским К.В., Шипшой В.Г., Сясько В.А., Васильевым В.А., и изложенные в [86].

Для подтверждения правильности представленной в Главе 3 физико-математической модели, принятых в ходе ее построения допущений и результатов проведенных расчетов необходимо проведение экспериментальной проверки полученных данных.

В ходе проведения экспериментов использовался описанный в главе 2 микро-нано твердомер серии «Константа –МНТ» с модифицированной системой нагружения, позволяющей расширить диапазон перемещения пьезоактюатора до 70 мкм и прикладывать нагрузку до 2 Н включительно.

Для выполнения требуемых условий измерений были изготовлены образцы шлифов оси Z пространственно-армированного УУКМ по методике, описанной в главе 2, с шероховатостью не хуже $R_a=0,29$ мкм.

4.1 Экспериментальное исследование стержней оси Z

Для оценки рабочих диапазонов прикладываемой нагрузки, в которых происходит деформирование отдельного стержня, а так же системы стержень-матрица в торцы стержней оси Z (Рисунок 43) проводились индентирования с нагрузками 100, 200, 500, 800, 900, 1000, 1300, 1500 мН. В торцы разных стержней оси Z было проведено по 5 индентирований для каждого значения нагрузки. Индентирование проводилось в центральную область стержня, чтобы воспроизвести условия модели.

С учетом того, что каркас УУКМ был сформирован из одинаковых стержней, изготовленных по одной технологии в рамках одной партии, было выдвинуто предположение, что в составе готовой заготовки УУКМ значения твердости и модуля упругости стержней будут иметь близкие значения.

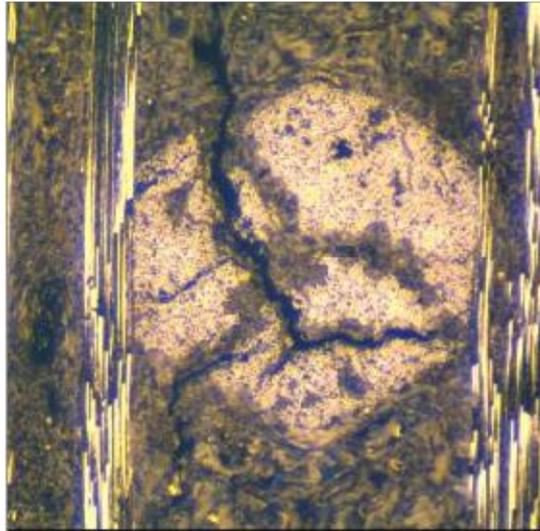


Рисунок 43 – Торцевой срез стержня оси Z

Исследование поверхности торцов стержней (при увеличении $\times 500$) после индентирования усеченным конусом не выявило признаков отпечатка, что подтверждает упругий характер деформирования в рассмотренном диапазоне нагрузок, вид кривой нагрузка-деформация приведен на рисунке 44.

По результатам измерений была построена зависимость измеренных с помощью плоского индентора значений модуля упругости E_r от прикладываемой нагрузки P (Рисунок 45).

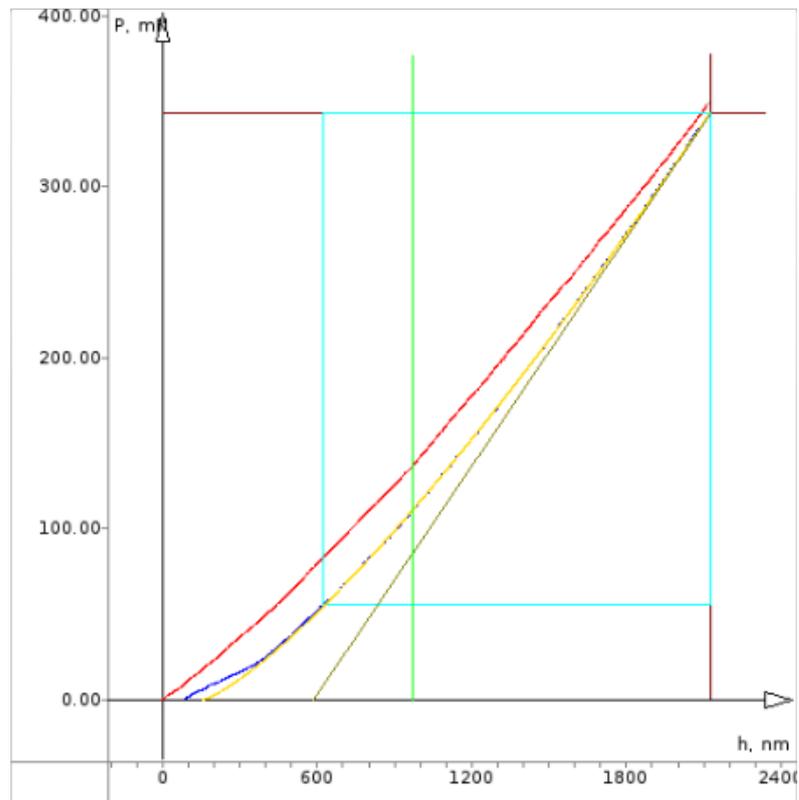


Рисунок 44 – Кривая нагрузка-деформация, полученная индентором в виде усеченного конуса

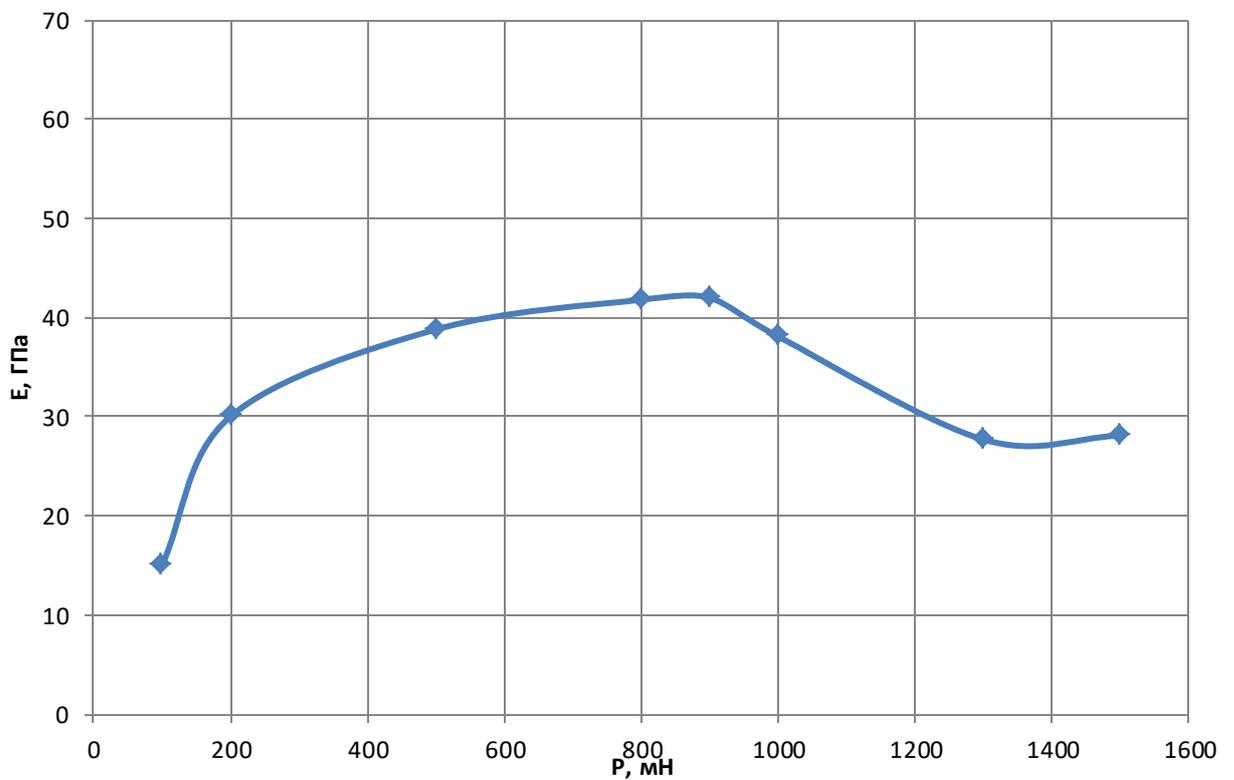


Рисунок 45 – Зависимость модуля упругости E_r от прикладываемой нагрузки P

Из приведенной зависимости следует, что измеряемые с помощью плоского индентора значения модуля упругости постепенно увеличивается до нагрузки в 800 мН и выходит на «плато» до нагрузки 900 мН, что связано, по-видимому, с уплотнением филаментов в области воздействия индентора. Данный результат коррелирует с результатами математического моделирования, где в диапазоне нагрузок от 0 до 1,37 Н область распространения деформации под индентором находится в границах стержня УУКМ.

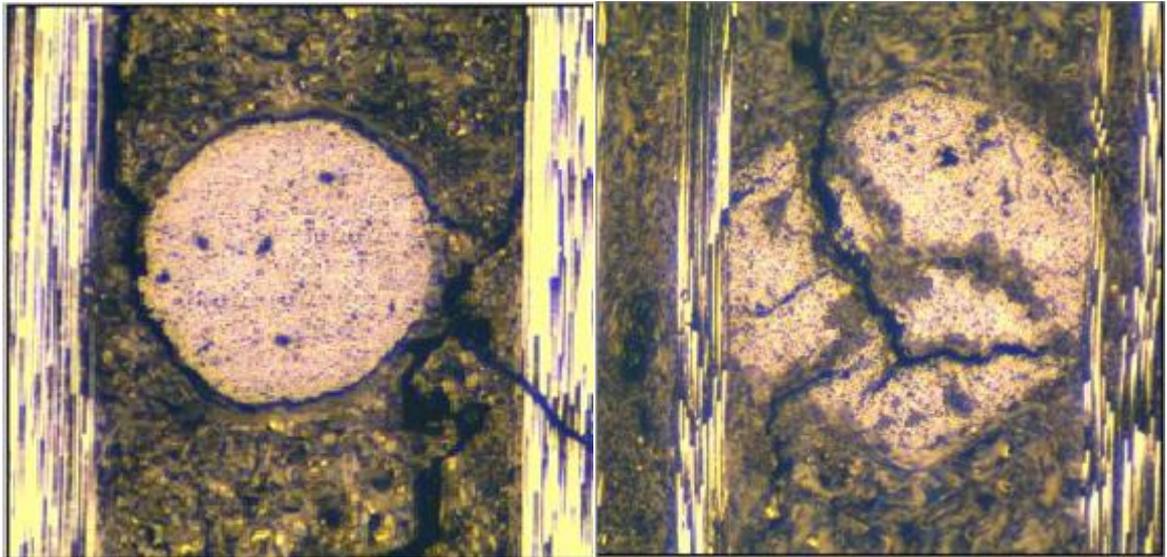
Дальнейшее увеличение прикладываемой нагрузки ведет к уменьшению значений модуля упругости стержней при прикладывании нагрузки выше 900 мН, и выходом зависимости на «плато» в диапазоне нагрузок 1300-1500 мН. Резкое снижение модуля упругости в рамках предложенной модели объясняется влиянием на результат измерений упругих свойств матрицы при увеличении зоны деформации под индентором. Этот результат так же коррелирует с результатами математического моделирования, где на участке выше нагрузки 1,37 Н до нагрузки 2,5 Н происходит увеличение объема упруго деформированного стержня с одновременным вовлечением в процесс деформирования материала матрицы с низким значением модуля упругости. Это приводит к измерению характера зависимости после нагрузки в 2,5 Н, в связи с возрастающей степенью влияния матрицы на результаты экспериментов.

4.2 Экспериментальное исследование стержней оси Z УУКМ, произведенных с нарушением технологии

В ходе предыдущих экспериментальных исследований, в качестве испытуемого объекта использовались образцы из пространственно-армированного УУКМ, изготовленного по штатной технологии. Для расширенного понимания взаимодействия системы стержень-матрица, необходимо проведение эксперимента на образцах УУКМ, изготовленных с нарушением технологии.

В этих целях был подготовлен комплект образцов, изготовленных с нарушением технологии (Рисунок 46 (а)). Для сравнения на рисунке 46 (б)

приведено изображения торцевого среза стержня, изготовленного по штатной технологии.



(а)

(б)

Рисунок 46 – Торцевые срезы стержней осей Z изготовленных с нарушением технологии (а) и по штатной технологии (б)

На рисунке хорошо видно, что стержень, изготовленный с нарушением технологии, отслоен от матрицы (видна четкая граница отслоения практически по всему диаметру стержня). Стержень, изготовленный по штатной технологии лучше пропитан матрицей и не имеет четкой границы стержень-матрица.

Для оценки влияния степени адгезионного взаимодействия на границе стержень-матрица в торцы стержней оси Z образцов УУКМ, изготовленных с нарушением технологии, проводились индентирования с нагрузками 100, 200, 500, 800, 900, 1000, 1300, 1500 мН. В торцы разных стержней оси Z было проведено по 5 индентирований для значений нагрузки в диапазоне 100-800 мН. В диапазоне нагрузок 900-1500 мН в торцы было произведено по 3 измерения. Все индентирования проводились в центральную область стержня, чтобы воспроизвести условия задачи моделирования.

По результатам измерений была построена зависимость измеренных с помощью плоского индентора значений модуля упругости E_r от прикладываемой нагрузки P (Рисунок 47).

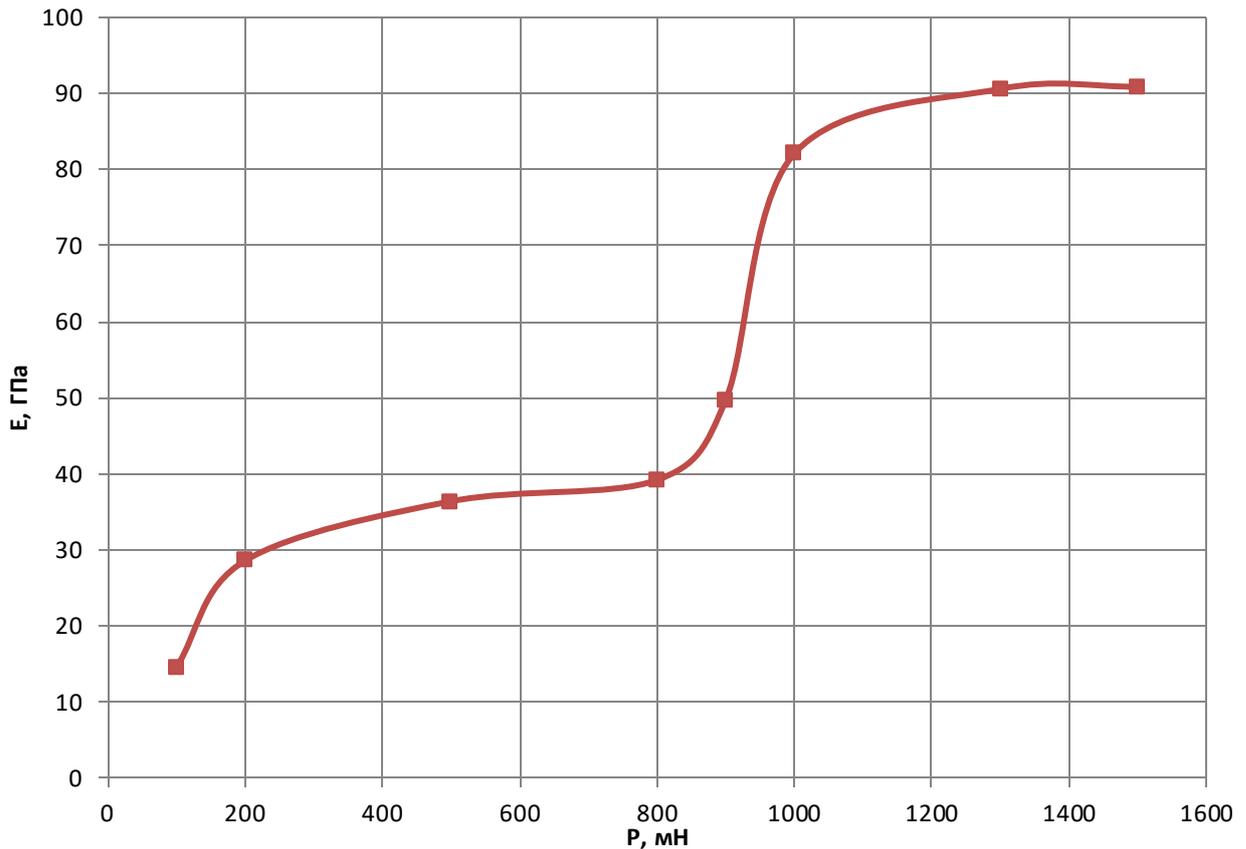


Рисунок 47 – Зависимость модуля упругости E_r от прикладываемой нагрузки P для стержней, изготовленных с нарушением технологии

Как видно из представленной зависимости в диапазоне нагрузок до 800 мН система стержень-матрица ведет себя аналогично с полученными ранее данными, после нагрузки более 800 мН происходит резкое увеличение модуля упругости стержня. В диапазоне нагрузок 1300-1500 мН выходит на «плато». Увеличение модуля упругости может быть связано с тем, что при возрастании нагрузки выше 800 мН происходит «отрыв» стержня от матрицы и постепенное его смещение по оси прикладываемой нагрузки. Дальнейшее увеличение модуля упругости и выход зависимости модуля упругости от нагрузки на «плато» может быть связан с достижением предельного уплотнения стержня в матрице.

Полученные данные могут свидетельствовать о том, что для образцов, произведенных с нарушением технологии, при достижении нагрузки более 800 мН происходит срыв стержня относительно матрицы, приводящий к увеличению глубины внедрения при постоянной нагрузке. Данный результат коррелирует с

результатами математического моделирования, где «срыв» происходил при нагрузке около 2 Н.

Для сравнения на рисунке 48 представлены экспериментально полученные зависимости модуля упругости E_r от прикладываемой нагрузки P для стержней образцов, изготовленных по штатной технологии и с нарушением штатной технологии.

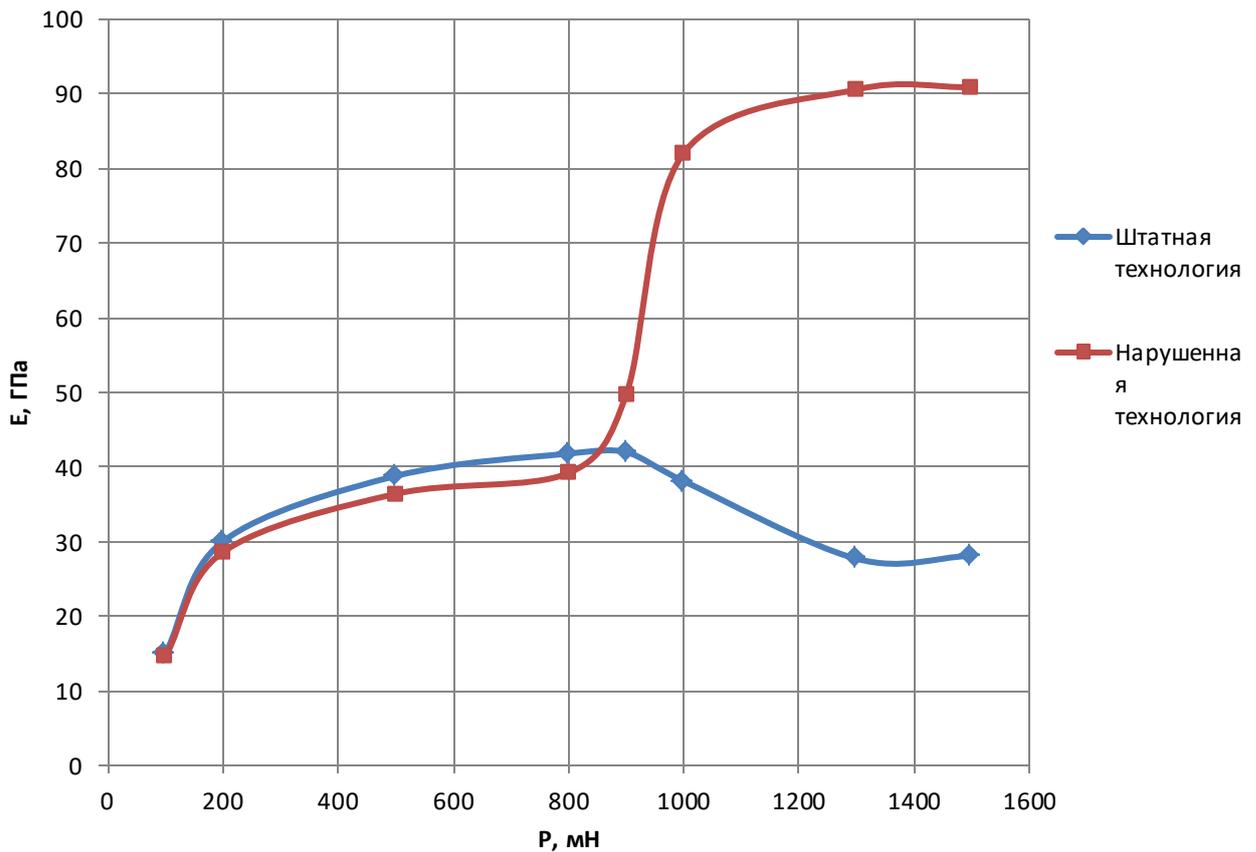


Рисунок 48 – Зависимости модуля упругости E_r от прикладываемой нагрузки P

Из представленной зависимости видно, что для измерения модуля упругости стержней пространственно-армированных УУКМ и технологического контроля стержней рабочим диапазоном прикладываемой нагрузки является диапазон 800-1000 мН. В диапазоне 800-900 мН можно измерить продольный модуль упругости стержня без учета влияния матрицы и дефектности стержня на результат измерений. В целях технологического контроля изделий из УУКМ следует проводить контрольные измерения при нагрузке в 1000 мН. В случае получения завышенных значений модуля упругости в диапазоне нагрузок от 900

до 1000 мН, можно судить о недостаточной степени адгезионного взаимодействия на границе стержень-матрица и считать данную ячейку УУКМ дефектной. Полученные значения рабочего нагрузок применимы для серии образцов, используемых в данной работе. В случае измерения модуля упругости образцов, изготовленных по другому техпроцессу, рабочий диапазон нагрузок может отличаться.

Таким образом, была экспериментально подтверждена возможность и целесообразность применения плоского индентора в форме усеченного конуса для определения модуля упругости при индентировании стержней УУКМ, опробирована методика измерения продольного модуля упругости стержней УУКМ методом инструментального индентирования с применением индентора с плоской вершиной. Предложенная методика позволяет измерять непосредственно в структуре УУКМ упругие свойства отдельно армирующего стержня при нагрузках 800-900 мН, учесть структурную неоднородность и дефектность стержней и получать за счет этого физически обоснованные значения модуля упругости стержней УУКМ, а при больших нагрузках – упругую реакцию стержня во взаимодействии с матрицей. Полученные результаты позволяют рекомендовать предложенную методику для технологического и выходного контроля качества изделий из УУКМ.

Выводы к главе 4:

1. Экспериментально подтверждена возможность и целесообразность применения плоского индентора в форме усеченного конуса для решения задачи индентирования и определения модуля упругости при индентировании стержней УУКМ.
2. Для решения задачи измерения локальных механических свойств стержня в составе УУКМ и технологического контроля стержней рабочим диапазоном прикладываемой нагрузки является диапазон 600-1000 мН.
3. Для измерения продольного модуля упругости стержня без учета влияния матрицы и дефектности стержня на результат измерений

прикладываемая в ходе испытаний нагрузка должна лежать в диапазоне 600-900 мН.

4. Для технологического контроля степени адгезионного взаимодействия на границе стержень-матрица прикладываемая в ходе испытаний нагрузка должна лежать в диапазоне 900-1100 мН.

5. Предложенная методика позволяет измерять локальные механические свойства армирующих стержней непосредственно в структуре УУКМ, учитывать структурную неоднородность и дефектность стержней и получать за счет этого физически обоснованные значения модуля упругости стержней УУКМ, а при больших нагрузках – упругую реакцию стержня во взаимодействии с матрицей. Полученные результаты позволяют рекомендовать предложенную методику для технологического и выходного контроля качества изделий из УУКМ.

Глава 5 Методика контроля продольного модуля упругости стержней пространственно-армированных УУКМ

Для обеспечения достоверных результатов при контроле продольного модуля упругости стержней пространственно-армированных УУКМ была разработана методика, включающая в себя калибровку измерительной установки, требования по подготовке образцов, алгоритм расчета расширенной неопределенности результатов измерений.

5.1 Поэлементная калибровка измерительной установки

Калибровка измерительной установки происходит в три этапа, в ходе которых происходит определение функций преобразования отсчетов в физические величины, определение функции формы индентора и верификация показаний на стандартных образцах с известными свойствами. Приведенные далее процедуры применяются при калибровке твердомеров серии «Константа-МНТ».

Для калибровки измерительной установки необходимо связать сигналы используемых в системе первичных преобразователей с физическими величинами. Измерительная головка состоит из упругого чувствительного элемента, на котором закреплен индентор, и пьезоактюатора, обеспечивающего прецизионное перемещение чувствительного элемента. В приборах серии «Константа-МНТ» используются следующие сигналы первичных преобразователей:

ADC_Probe, qpz – оптический или емкостной сигнал первичного преобразователя, (в зависимости от конфигурации измерительной головки) фиксирующий перемещение чувствительного элемента.

ADC_Stage, qsz – сигнал с емкостного датчика пьезоактюатора сообщающего перемещение (усилие) системе.

ADC_Scales, qs – сигнал первичного преобразователя модуля весов, использующегося при калибровке.

Значение каждого сигнала измеряется в квантах соответствующего аналого-цифрового преобразователя (далее АЦП).

В связи с линейным характером аналоговой части измерительной установки, функции преобразования величин выражаются через соотношение:

$$y = kx + b \quad (31)$$

Коэффициент k является коэффициентом пересчета одной величины в другую. Значение коэффициента b обусловлено изменением состояния измерительной установки в ходе работы и не может быть рассчитан в общем виде, однако может быть найден для каждого эксперимента и учтен в процессе пересчета первичных данных. Все первичные сигналы в ходе обработки нормализуются путем вычитания постоянной составляющей, приводя формулу (31) к виду:

$$y = kx \quad (32)$$

Позволяя получить для функции единственное решение, которое можно определить однозначно.

Калибровка измерительной установки начинается с калибровки модуля весов, представляющего из себя линейный упругий элемент. В ходе калибровки модуля весов на него устанавливаются меры разной массы, при этом фиксируются значения массы меры и значения сигнала ADC_Scales , qs модуля весов (Рисунок 49).

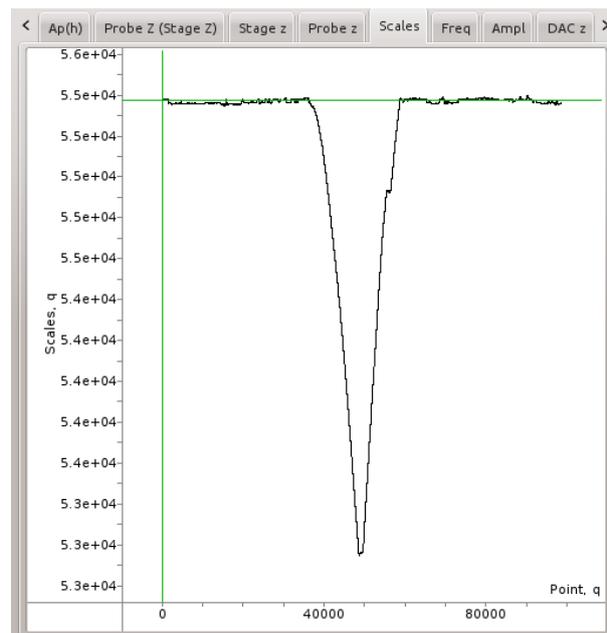


Рисунок 49 – Сигнал ADC_Scales

Коэффициент пересчета сигнала модуля весов находится из тангенса угла наклона методом наименьших квадратов (МНК):

$$[Scales] = mN / qs \quad (33)$$

Функция преобразования будет иметь вид:

$$S = Scales \cdot ADC_Scales \quad (34)$$

После проведения калибровки весов необходимо откалибровать измерительный преобразователь по силе, для чего производится серия индентирований в модуль весов с различными значениями нагрузки. При этом фиксируются значения с АЦП модуля весов ADC_Scales , qs , и значения с АЦП оптического или емкостного сигнала первичного преобразователя ADC_Probe , qpz . Применив МНК находим тангенс угла зависимости, умножив который на калибровочный коэффициент весового модуля получаем калибровочный коэффициент зонда по силе:

$$Probe_f = k_{Scales_Probe} \cdot Scales \quad (35)$$

$$[Probe_f] = \frac{qs}{qpz} \cdot \frac{mN}{qs} = \frac{mN}{qpz}$$

Следующим этапом является калибровка зонда по перемещению, при этом механическая жесткость зонда является известной и рассчитывается как:

$$Probe_k = \frac{Probe_f}{Probe_d} \quad (36)$$

$$[Probe_k] = \frac{mN}{qpz} \cdot \frac{qpz}{nm} = \frac{mN}{nm} = 10^6 \frac{N}{m}$$

Значение $Probe_k$ является постоянным для конкретного первичного преобразователя, не изменяется с ходом времени и не зависит от измерительной установки, таким образом недостающий коэффициент $Probe_d$ определяется по двум известным. Для калибровки первичного преобразователя по перемещению при заданном перемещении пьезоактюатора (или наоборот) применяется процедура глубокого укола (Рисунок 50), в ходе которой производится серия индентирований в одну точку с высокой нагрузкой. В ходе такого эксперимента

происходит синхронное перемещение чувствительного элемента зонда и пьезоактюатора при условии, что достигнута предельная деформация под индентором. После строится зависимость, связывающая значения оптического или емкостного сигнала АЦП первичного преобразователя ADC_Probe , qpz со значениями сигнала АЦП пьезоактюатора ADC_Stage , qsz .

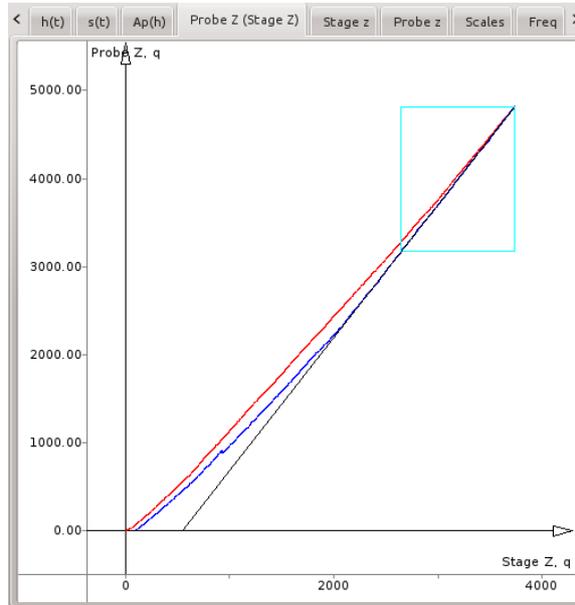


Рисунок 50 – Зависимость нагрузка-деформация для глубокого укола

Для начального участка кривой разгрузки в области ее максимальных значений строится уравнение линейной регрессии. Тангенс угла наклона уравнения линейной регрессии является отношением значений оптического или емкостного сигнала АЦП первичного преобразователя и АЦП пьезоактюатора:

$$[k_{Stage_Probe}] = \frac{qsz}{qpz} \quad (37)$$

Соотношение, связывающее калибровочные коэффициенты по перемещению:

$$Probe_d = k_{Stage_Probe} \cdot Stage_d \quad (38)$$

$$[Probe_d] = \frac{qsz}{qpz} \cdot \frac{nm}{qsz} = \frac{mm}{qpz}$$

Выражение (29) применимо как для расчета значений $Stage_d$, так и для расчета значений $Probe_d$, в зависимости от способа калибровки прибора.

Таким образом, калибровочный коэффициент пьезоактюатора может быть рассчитан с применением процедуры глубокого укола из известной жесткости зонда; с использованием первичного преобразователя перемещений или интерферометра; с использованием моторизированной системы позиционирования.

В твердомерах серии «Константа-МНТ» используется моторизированная система перемещения измерительной головки по оси Z на основе винтовой передачи с шаговыми двигателями. Для определения калибровочного коэффициента пьезоактюатора по перемещению предварительно необходимо определить передаточную характеристику моторизированной системы по перемещению. В процессе калибровки измерительная головка работает в режиме обратной связи по одному из контролируемых параметров: амплитуде или частоте резонансного первичного преобразователя кантилевера, или сигнала первичного преобразователя перемещений упругого элемента.

Для калибровки первичный преобразователь-кантилевер или упругий элемент вводится в контакт с поверхностью и фиксируется уровень сигнала обратной связи. Это положение можно считать нулевой точкой. Затем с помощью двигателя оси Z поочередно производится перемещение оси Z прибора с шагом в 1 мкм во всем диапазоне перемещений пьезоактюатора по оси прикладываемой нагрузки. После достижения предельного значения перемещения процедуру повторяют против оси прикладываемой нагрузки. При этом фиксируются значения расстояния, рассчитанные из передаточных чисел редукторов и параметров двигателя и значения данного расстояния в показаниях АЦП пьезоактюатора ADC_Stage, qsz , пройденное до восстановления сигнала обратной связи. Для расчета коэффициента пьезоактюатора по перемещению строится уравнение линейной регрессии, тангенс угла наклона которого будет равен рассчитываемому коэффициенту:

$$[Stage_d] = \frac{mm}{qsz} \quad (39)$$

Для построения зависимости нагрузка-деформация (Рисунок 51) необходимо пересчитать значения силы и внедрения для каждого отсчета АЦП, тем самым пересчитать значения ADC_Probe , qpz , ADC_Stage , qsz в значения P , мН и h , нм

$$P = Probe_f \cdot ADC_Probe \quad (40)$$

$$h = Stage_d \cdot ADC_Stage - Probe_d \cdot ADC_Probe \quad (41)$$

Коэффициенты пересчета, определяемые согласно данной процедуре являются основными параметрами, используемыми при расчете экспериментальных данных и при управлении измерительной установкой.

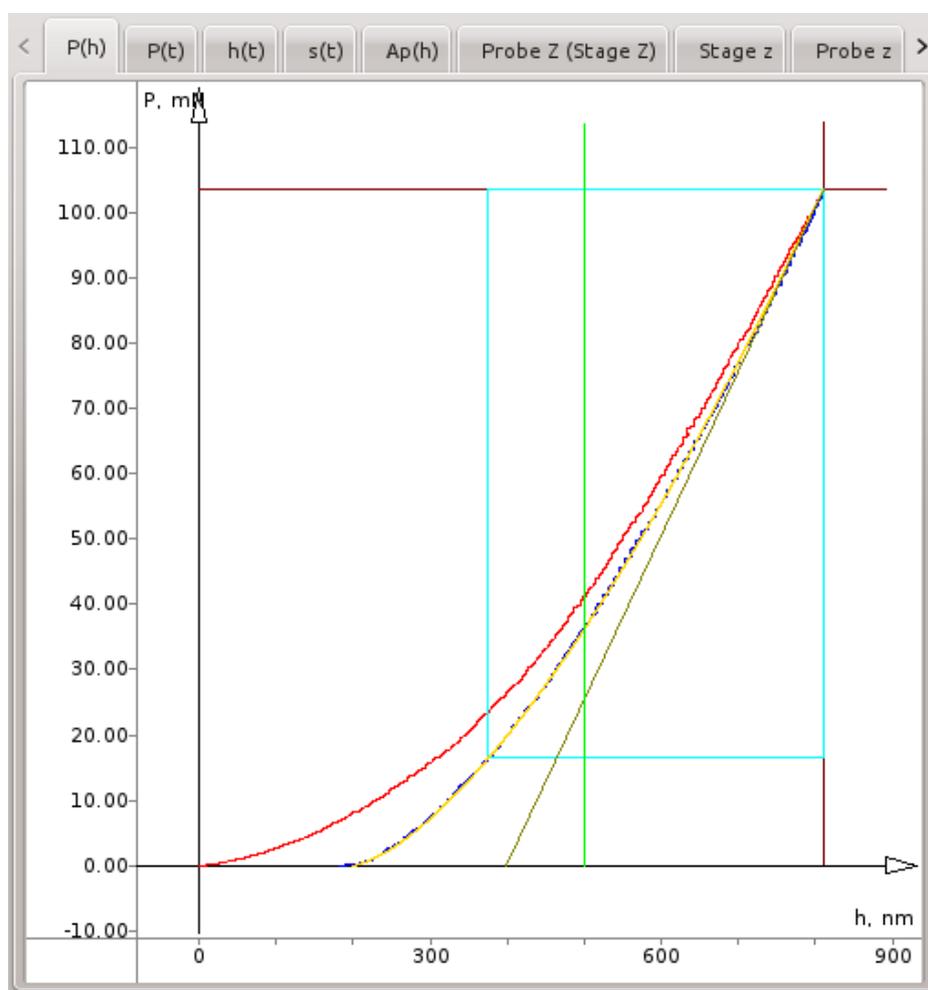


Рисунок 51 – Результирующая зависимость нагрузка-деформация

Для корректного расчета твердости и модуля упругости необходимо учитывать скругление индентора при задании функции формы индентора $A_p(h)$, что особо критично для малых глубин индентирования. Наиболее часто для определения функции формы индентора используется косвенная оценка функции

формы индентора по результатам индентирования в образец с известными свойствами.

Так как для контроля продольного модуля упругости пространственно-армированных УУКМ используются инденторы с плоской вершиной, для определения функции формы достаточной является процедура оценки радиуса плоского штампа в микроскоп (Рисунок 52).

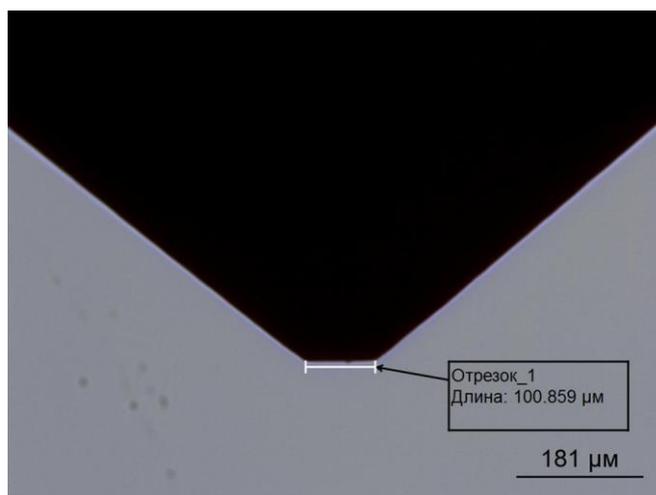


Рисунок 52 – Фотография плоского индентора

В качестве завершающего этапа калибровки измерительной установки используется верификация показаний твердомера путем прямых измерений аттестованных образцов во всем диапазоне прикладываемых нагрузок.

Для контроля продольного модуля упругости пространственно-армированных УУКМ желательно производить верификацию на образце пиролиитического графита с известными значениями модуля упругости. В образец необходимо провести по 10 индентирований на каждое значение прикладываемой нагрузки во всем диапазоне нагрузок. Из стандарта [27-34] следует, что каждого стандартного образца должно быть рассчитано среднеарифметическое значение, \bar{q} , из n значений q_1, \dots, q_n , где q – параметры материалов (твердость по шкалам Мартенса, твердость индентирования, модуль упругости при индентировании) по формуле:

$$\bar{q} = \frac{q_1 + \dots + q_n}{n} \quad (42)$$

Стандартное отклонение результатов эксперимента рассчитывается как параметр, описывающий рассеяние измеренных значений по формуле:

$$s(q) = \frac{\sum_{i=1}^n (q_i - q)^2}{n-1} \quad (43)$$

Относительное рассеяние измеренных значений – это коэффициент вариации, выраженный в процентах, который вычисляется по формуле:

$$v = \frac{s(q)}{q} \cdot 100\% \quad (44)$$

Шкалы Мартенса и индентирования представляют из себя шкалы порядка, поэтому средние значения, СКО, коэффициент вариации и неопределенность результатов измерений вычисляются по модели линеаризации шкалы вблизи значений чисел.

Повторяемость показаний твердомера в конкретных условиях калибровки определяется коэффициентом вариации измеренного значения и считается удовлетворительной, если соответствует условиям, указанным в таблице 7 [27].

Таблица 7 – Повторяемость показаний твердомера.

Параметр материала	Нанодиапазон	Микродиапазон		Макродиапазон
		0,2 <h<1 мкм	h>1 мкм	
<i>HМ, H_{IT}</i>	5%	5%	2%	2%
<i>E_r/H_{IT} < 50</i>	5%	5%	5%	5%
<i>E_r/H_{IT} > 50</i>	5%	10%	5%	5%

Погрешность измерений характеризуется разницей значений среднего арифметического значения по результатам измерений и действительным значением стандартного образца:

$$|\bar{q} - q| \quad (45)$$

Погрешность измерений вычисляется по формуле:

$$t = \frac{q - \bar{q}}{s(q)} \cdot \sqrt{n} \quad (46)$$

Для верификации калибровки и корректной работы измерительной установки, при начале работы необходимо производить серию из пяти измерений образца с известными свойствами. При отклонении результатов измерений от паспортных, необходимо произвести перекалибровку измерительной установки.

5.2 Подготовка образцов

Ввиду высокой прецизионности метода инструментального индентирования, для обеспечения требуемой неопределенности результатов измерений необходимо тщательно подходить к подготовке образцов.

Область индентирования не должна содержать жидкостей или смазочных материалов, за исключением случаев, когда это необходимо для испытания, и в этом случае данный факт должен быть подробно описан в отчете об испытаниях. Необходимо следить, чтобы в области индентирования не присутствовало посторонних веществ (например, частицы пыли). Как правило, при условии, что поверхность не имеет видимого поверхностного загрязнения, процедурой очистки можно пренебречь. Если требуется очистка, для минимизации ущерба, она должна быть проведена с помощью:

- применения сухого, безмасляного, отфильтрованного газового потока;
- применения потока сублимирующих частиц CO₂ (с условием сохранения температуры поверхности выше точки росы);
- промывания растворителем (химически инертным к образцу) и последующей сушки.

В случае, если вышеописанными методами провести очистку не удалось и поверхность испытуемого образца является достаточно загрязненной, необходимо протереть ее волоконной салфеткой, пропитанной в растворителе для удаления

частиц пыли, после чего поверхность должна быть промыта в растворителе, как указано выше. Ультразвуковые методы очистки могут серьезно повреждать испытываемую поверхность, поэтому должны применяться с крайней осторожностью.

Шероховатость поверхности существенно влияет на значения фактической контактной площади индентора с поверхностью, хотя с увеличением глубины индентирования вклад шероховатости в неопределенность результатов измерений уменьшается. Для ограничения вклада шероховатости поверхности в неопределенность результатов измерений (не более 5%), согласно существующим стандартам [27-34], необходимо обеспечивать глубину индентирования h минимум в 20 раз больше шероховатости Ra (среднего арифметического отклонения профиля).

Ввиду особенностей строения материала поверхность изделий и шлифов из пространственно-армированных УУКМ имеет высокую степень шероховатости. В ходе первичных измерений в диапазоне нагрузок от 10 до 200 мН было установлено, что для ограничения вклада шероховатости в неопределенность результатов измерений необходимо обеспечить шероховатость образцов не хуже $Ra=0,32$ мкм. Для обеспечения заданного уровня качества шлифов было проведено несколько этапов полировки шлифов, финишной операцией которой было полирование на алмазных суспензиях с величиной зерна 1 мкм. Однако применение индентора с плоской вершиной позволяет снизить требования к шероховатости испытываемой поверхности.

Существенное влияние на результат измерений оказывает плоскостность испытываемого образца, так как его поверхность должна быть нормальна к направлению прикладываемой испытательной нагрузки. Рекомендуется, чтобы наклон испытываемой поверхности составлял менее 1° . К данному требованию следует относиться особенно критично при контроле продольного модуля упругости пространственно-армированных УУКМ.

Для выполнения условия нормальности вектора прикладываемой нагрузки к плоскости шлифа УУКМ был разработан ряд моделей шлифов типичных структур

различных осей армирования УУКМ, позволяющих получать изображения различных плоскостей среза, что позволяет определить корректность вырезки образца.

5.3 Расчет расширенной неопределенности результатов измерений

Для анализа причин отклонения результатов измерений используется анализ расширенной неопределенности результатов измерений. В действующих стандартах [27-34] реализуется два подхода. В первом случае для расчета расширенной неопределенности используются индивидуальные составляющие неопределенности результатов измерений, подробно рассмотренные в главе 2. Во втором случае используется расчет на основании измеренных значений твердости и модуля упругости, полученный при измерении стандартного образца и учитывающий суммарное влияние источников неопределенности результатов измерений. Так как данный подход не учитывает влияние каждого конкретного источника неопределенности результатов измерений, проводить поэлементную калибровку измерительной установки следует строго в соответствии с правилами, описанными выше.

5.3.1 Метод 1

Для расчета расширенной неопределенности результатов измерений при проведении данного исследования использовался подход, учитывающий влияние независимых источников неопределенности результатов измерений, связанных с калибровкой испытуемой установки.

Измеренные значения модуля упругости рассчитываются как:

$$E_r = \frac{P}{2ah} \quad (47)$$

Так как аналоговая часть прибора линейна при восстановлении значений P и h используются следующие соотношения:

$$P = Probe_f \cdot ADC_Probe \quad (48)$$

$$h = Stage_d \cdot ADC_Stage - Probe_d \cdot ADC_Probe \quad (49)$$

В качестве составляющих расширенной неопределенности результатов измерений используются значения среднеквадратического отклонения, которыми

характеризуются полученные калибровочные коэффициенты, по которым рассчитываются значения:

$$Probe_f = \left(k_{Scales_Probe} \pm \Delta k_{Scales_Probe} \right) \cdot Scales \quad (50)$$

$$Probe_d = \left(k_{Stage_Probe} \pm \Delta k_{Stage_Probe} \right) \cdot Stage_d \quad (51)$$

Δk_{Scales_Probe} – составляющая неопределенности результатов измерений, связанная с разбросом значений калибровочного коэффициента измерительного преобразователя по силе;

Δk_{Stage_Probe} – составляющая неопределенности результатов измерений, связанная с разбросом значений калибровочного коэффициента пьезоактюатора по перемещению;

Δa – составляющая неопределенности результатов измерений, связанная с разбросом значений функции формы индентора.

Таким образом, суммарная стандартная неопределенность результатов измерений U , полученная расчетным способом будет равна:

$$U = \sqrt{\left(\frac{dU}{dProbe_f} \Delta k_{Scales_Probe} \right)^2 + \left(\frac{dU}{dProbe_d} \Delta k_{Stage_Probe} \right)^2 + \left(\frac{dU}{da} \Delta a \right)^2} \quad (52)$$

Результат измерений:

$$\bar{X} = \bar{x} \pm U \quad (53)$$

Для расчета относительной неопределенности результатов измерений используется соотношение:

$$U_{калиб} = \frac{U}{\bar{X}} \cdot 100 \quad (54)$$

Результат расчета суммарной стандартной неопределенности твердомера, произведенной по результатам поэлементной калибровки в рабочем диапазоне нагрузок составил:

$$U_{калиб} = 2,8\% \quad (55)$$

Расширенная стандартная неопределенность твердомера с коэффициентом охвата $k=2$ таким образом не превышает 6%.

Стандартная неопределенность твердомера, вычисленная по результатам поэлементной калибровки, может рассматриваться как составляющая суммарной неопределенности разработанной методики измерений модуля упругости.

5.3.2 Метод 2

Существенным допущением стандартизированной методики расчета суммарной неопределенности результатов измерений по второму методу является предположение, что влияние всех источников неопределенности результатов измерений одинаково как в случае индентирования в стандартный образец, используемый при калибровке и верификации измерительной установки, так и при индентировании в другие испытываемые образцы. Условия не всегда выполняются, так как могут отличаться условия проведения эксперимента, диапазон прикладываемых нагрузок, особенности подготовки испытываемого образца.

Для расчета суммарной неопределенности используются стандартная неопределенность стандартного образца (меры) и среднее значение твердости стандартного образца, присвоенные при его поверке на первичном эталоне. Используемые в стандартной методике меры из плавленого кварца и поликарбоната не подходят для калибровки на них твердомеров, использующих индентор с плоской вершиной. В связи с этим предложено в дальнейшем при расчете расширенной неопределенности результатов измерений по 2 методу при условии использования индентора с плоской вершиной в качестве стандартного образца применять пиролитический графит, аморфный материал, имеющий наиболее близкие к УУКМ свойства с модулем упругости 20 ГПа.

Среднее значение модуля упругости стандартного образца из пиролитического графита, присвоенные при его поверке на первичном эталоне:

$$u_{CRM} = \frac{U_{CRM}}{2} \quad (56)$$

Среднее арифметическое значений, полученных при измерении стандартного образца:

$$\overline{HM} = \frac{\sum_{i=1}^n H_i}{n} \quad (57)$$

Стандартное отклонение значений, полученных при измерении стандартного образца:

$$s_{HM} = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (H_i - \overline{HM})^2} \quad (58)$$

Стандартная неопределенность расчета среднего значения при измерении стандартного образца:

$$u_{\overline{HM}} = \frac{t \cdot s_{HM}}{\sqrt{n}} \quad (59)$$

Среднее арифметическое значений, полученных при измерении испытуемого образца:

$$\overline{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} \quad (60)$$

Стандартное отклонение значений, полученных при измерении испытуемого образца:

$$s_x = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \overline{x})^2} \quad (61)$$

Стандартная неопределенность расчета среднего значения при измерении испытуемого образца:

$$u_{\overline{x}} = \frac{t \cdot s_x}{\sqrt{n}} \quad (62)$$

Отклонение полученных в ходе измерений результатов от заявленных:

$$b = \overline{HM} - \overline{X}_{CRM} \quad (63)$$

Стандартная неопределенность расчета b :

$$u_b^2 = u_{HM}^2 + u_{CRM}^2 \quad (64)$$

Неопределенность результатов измерений, связанная с плоскостностью образца u_{pl} должна быть учтена при расчете расширенной неопределенности результатов измерений. Данным этапом можно пренебречь, в случае обеспечения наклона поверхности испытуемого образца менее 1° . В противном случае данную составляющую необходимо учесть.

Расширенная неопределенность результатов измерений с коэффициентом охвата k ($k=2$):

$$U = k \cdot \sqrt{u_{CRM}^2 + u_{HM}^2 + u_x^2 + u_{pl}^2} + |b| \quad (65)$$

Результат измерений:

$$\overline{X} = \overline{x} \pm U \quad (66)$$

5.4 Экспериментальные результаты исследования продольного модуля упругости армирующих стержней пространственно-армированных УУКМ индентором с плоской вершиной

Согласно полученным результатам исследования и разработанной методики контроля продольного модуля упругости армирующих стержней пространственно-армированных УУКМ были произведены измерения в рабочем диапазоне нагрузок. Для образцов шлифов, изготовленных согласно предложенной методике в торцы разных стержней оси Z было проведено по 10 индентирований плоским индентором для значений нагрузки 700, 800 и 900 мН. Согласно методике, все индентирования проводились в центральную область стержня. Полученные результаты приведены в таблице 8.

Таблица 8 – Измеренные значения продольного модуля упругости стержней УУКМ

Нагрузка, мН	E , ГПа	СКО, ГПа	Повторяемость, %
700	40,9	1,6	4
800	41,8	1,4	3,5
900	42	1,5	3,7

Суммарная неопределенность твердомера $U_{отн}$, рассчитанная по результатам поэлементной калибровки, составляет не более 2,8%.

По результатам измерений, произведенных в соответствии с описанной методикой, значения среднеквадратического отклонения и повторяемости лежат в допустимых пределах, регламентированных текущими стандартами на метод инструментального индентирования. Стандартная неопределенность $U_{изм}$ результатов серии измерений составляет не более 4%.

Суммарная расширенная неопределённость разработанной методики с коэффициентом охвата $k=2$ оценена как геометрическая сумма случайной составляющей результатов измерений, вычисленной по экспериментальным данным и неопределенности твердомера, вычисленная по результатам поэлементной калибровки и рассчитывается по формуле:

$$U_{сумм} = k \cdot \sqrt{U_{отн}^2 + U_{изм}^2} \quad (67)$$

и составляет не более 10%, что позволяет сделать вывод о том, что предложенная методика контроля продольного модуля упругости армирующих стержней пространственно-армированных УУКМ позволяет обеспечить требуемые метрологические характеристики и является работоспособной.

Выводы к главе 5:

1. Разработана методика поэлементной калибровки измерительной установки.
2. Установлены правила подготовки испытуемых образцов.

3. Разработана методика расчета расширенной неопределенности результатов измерений, позволяющая учитывать влияние плоскостности испытуемого образца.

4. Суммарная расширенная неопределённость разработанной методики, вычисленной по экспериментальным данным (неопределенность по типу А) и систематической неопределенности твердомера, вычисленная по результатам поэлементной калибровки (неопределенность по типу В) и составляет не более 10%.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В диссертации, представляющей собой законченную научно-квалификационную работу, на основе анализа существующих методов контроля модуля упругости, физико-математического моделирования, выполненных теоретических и экспериментальных исследований решена актуальная научно-техническая задача разработки методики контроля продольного модуля упругости пространственно-армированных УУКМ. На основании проведенных исследований получены следующие научные результаты работы:

1. На основании теоретического, расчетного и экспериментального анализа подтверждена целесообразность применения плоского индентора в форме усеченного конуса для решения задачи индентирования и определения модуля упругости при индентировании стержней УУКМ.

2. Разработана математическая модель, описывающая контактную задачу внедрения индентора в армирующий стержень УУКМ и позволяющая производить анализ локальных упруго-пластических свойств УУКМ;

3. На основании результатов математического моделирования и экспериментальных исследований разработана методика контроля локальных механических свойств пространственно-армированных УУКМ.

Список литературы:

1. ГОСТ Р 50579-93 Материалы композиционные полимерные. Классификация.
2. C.Y. Niu. Composite airframe structure: practical design information and data. – Connilit press ltd., 1992.
3. Тарнопольский Ю.М. Пространственно-армированные композиционные материалы. / Ю.М. Тарнопольский, И.Г. Жигун, В.А. Поляков. - М.: Машиностроение, 1987. – 224 с.
4. F. Stig. 3D-woven Reinforcement in Composites. / Fredrik Stig // Doctoral Thesis. Stockholm, Sweden, 2012.
5. Гуняев Г.М. Структура и свойства полимерных волокнистых композитов. / Г.М. Гуняев. Изд. Химия, 1981. 230 с.
6. F. Stig. 3D-woven Reinforcement in Composites. / Fredrik Stig // Doctoral Thesis. Stockholm, Sweden, 2012.
7. L. Tong. 3D Fibre Reinforced Polymer Composites. / L. Tong, A.P. Mouritz, M.K. Bannister. // Oxford: Elsevier Science Ltd, 2002. - 241 с.
8. N. Khokar. 3D fabric-forming processes: Distinguishing between 2D-weaving, 3D-weaving and an unspecified non-interlacing process. / N. Khokar. // Journal of the Textile Institute, 1996. No. 87, Part 1. P. 97-106.
9. N. Khokar. 3D-weaving: Theory and practice. / N. Khokar // Journal of the Textile institute, 2001. No. 92(1). P. 193-207.
10. Симонов-Емельянов И.Д. Структура литьевых дисперсно-наполненных полимерных композиционных материалов и моделирование процесса литья под давлением. / Симонов-Емельянов И.Д., Ушакова О.Б., Лебедев В.А. и др. // Пластические массы, 2010. №12. С. 4-6.
11. Гузеев В. В. Влияние технологических режимов переработки на структуру наполненных пластикаторов / Гузеев В. В., Рафиков М. Н., Булучевский А. Г. // Пластические массы, 1976. №11. С. 32-34.

12. Белкин С. В. Система автоматизированного проектирования композиционных материалов. / Белкин С. В. // Пластические массы, 1990. №12. С. 20-24.
13. Шорохов В. М. Термопласты, армированные непрерывным стекловолокном. / Шорохов В. М., Новикова О. А., Липатов Ю. С., Безрук Л. И. // Пластические массы, 1981. №6. С. 29-31
14. Хорошилова Т. И. Исследование свойств полиэфирного углепластика. / Хорошилова Т. И., Воронцова Н. Н., Демьянова Т. В. // Пластические массы, 1992. №2. С. 24-25.
15. Головкин Г. С. Специфика регулирования механических свойств армированных термопластов. / Головкин Г.С. // Пластические массы, 2008. №12. С. 3-9.
16. Кузнецов В. В. Расчет некоторых физико-механических характеристик наполненных полимеров / Кузнецов В. В.// Пластические массы, 1982. №4. С.37-39.
17. Васильев В. В., Протасов В. Д., Болотин В. В. и др., под общ. Ред Васильева В. В., Тарнопольского Ю.М., Композиционные материалы: Справочник. – М.: Машиностроение, 1990. – 512с.
18. Магнитский И.В. О численном моделировании упругих свойств объемно армированных композиционных материалов / Новые технологии. – В кн.: Материалы X Всеросс. Конф. Т. 2. – М.: РАН, 2013. С. 21-32.
19. Курбатов А.С. Расчетно-экспериментальный метод исследования механических свойств и напряженно-деформированного состояния несущих конструкций из углерод-углеродных композитов / Автореф. дисс. на соиск. уч. ст. канд. технич. наук – М.: МАИ, 2011.
20. Вагин В.П., Дворецкий А.Э., Магнитский И.В. и др., Проблемы и задачи неразрушающего контроля деталей, узлов и сборочных единиц из углерод-углеродных и керамоматричных композиционных материалов нового поколения// Сборник трудов 1-й дистанционной научно-технической конференции НККМ–2014 «Приборы и методы неразрушающего контроля качества изделий и

конструкций из композиционных и неоднородных материалов». — Санкт-Петербург: Свен, 2015.- С.45-56.

21. Способ определения прочностных характеристик полимерных композиционных материалов: пат. 2461820 Рос. Федерация; опубл. 20.09.2012. Бюл. №26. 14 с.

22. Рудницкий В. А., Крень А.П., Испытание эластомерных материалов методами индентирования, - Минск: Белорусская наука, 2007. – 266с.

23. Крень А.П., Рудницкий В.А., Садовников А.О., Влияние скорости деформации на измерение твердости фторопласта-4 методом динамического индентирования. – Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2006. Т. 72. №10. С. 42 – 46.

24. Крень А.П. Определение класса полимерного материала по параметрам отклика на ударное механическое воздействие. – Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2008. Т. 74. №11. С. 44 – 48.

25. Протасеня Т.А., Крень А.П., Рудницкий В.А., Определение характеристик сопротивления разрушению углепластиков методом динамического индентирования пирамидой Виккерса. – Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2014. Т. 80. №3. С. 46 – 50.

26. ГОСТ Р 56474-2015 Системы космические. Контроль неразрушающий физико-механических свойств материалов и покрытий космической техники методом динамического индентирования. Общие требования.

27. ГОСТ Р 8.748-2011 (ИСО 14577-1:2002) ГСИ. Металлы и сплавы. Измерение твердости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании. Часть 1. Метод испытаний.

28. ГОСТ Р 8.904-2015 Государственная система обеспечения единства измерений. Измерение твердости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании. Часть 2. Поверка и калибровка твердомеров.

29. ГОСТ Р 8.907-2015. Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений твердости по шкалам Мартенса и шкалам индентирования.

30. ISO 14577-1:2015 Metallic materials - Instrumented indentation test for hardness and materials parameters - Part 1: Test method.
31. ISO 14577-2:2015 Metallic materials - Instrumented indentation test for hardness and materials parameters - Part 2: Verification and calibration of testing machines.
32. ISO 14577-3:2015 Metallic materials - Instrumented indentation test for hardness and materials parameters - Part 3: Calibration of reference blocks.
33. ISO 14577-4:2015 Metallic materials - Instrumented indentation test for hardness and materials parameters – Part 4: Test method for metallic and non-metallic coatings.
34. ASTM E2546-15 Standard Practice for Instrumented Indentation.
35. Hysitron [Электронный ресурс] // Hysitron's Patented Three-Plate Transducer: An Overview URL: <http://www.hysitron.com/Default.aspx?tabid=420> (дата обращения: 15.12.2017).
36. CSM-instruments [Электронный ресурс] // Table top nanoindentation tester URL: <http://www.csm-instruments.com/fr/system/files/TTX.pdf> (дата обращения: 15.12.2017).
37. Keysight [Электронный ресурс] // URL: <http://www.keysight.com/en/pd-1675520-pn-U9820A/agilent-nano-indenter-g200?cc=RU&lc=rus> (дата обращения: 15.12.2017).
38. Asylum Research [Электронный ресурс] // The MFP Instrumented NanoIndenter For Quantitative Materials Characterization URL:<http://www.asylumresearch.com/Products/NanoIndenter/NanoIndenterProduct.html> (дата обращения: 15.12.2017).
39. Nanoscan [Электронный ресурс] // URL: <http://nanoscan.info/pribory-2> (дата обращения: 15.12.2017).
40. Nanovea [Электронный ресурс] // URL:<http://www.nanovea.com/MechanicalTesters.html> (дата обращения: 15.12.2017).

41. T.S. Gross, N. Timoshcuk, I.I. Tsukrov, R.Piat, B. Reznik: On the ability of nanoindentation to measure anisotropic elastic constants of pyrolytic carbon//ZAMM, 2012.
42. M. Hardiman, C.T. McCarthy: Nanoindentation of fibrous composite microstructures: experimentation and finite element investigation//European conference on composite materials, 2012.
43. R. Maurin, P. Davies, N. Baral, C. Baley: Transverse properties of carbon fibers by nano-indentation and micro-mechanics//Applied Composite aterials,2008.
44. Wei Li-ming, ZhangYue, Xu Cheng-Hai, Qi Fei, Meng Song-he: Mechanical properties of 3D carbon/carbon composites by nanoindentation technique//Journal of Central Sout University, 2012.
45. Mohs F. // Grundriss der Mineralogie. Dresden (1822).
46. J. Boussinesq, Applications des Potentiels a l'étude de équilibre et du movement des solides élastiques (Gauthier-Villars, Paris, 1885).
47. H. Hertz, J. reine und angewandte Mathematik 92, 156 (1882).
48. I.N. Sneddon, Int. J. Engng. Sci. 3, 47 (1965).
49. J.W. Harding and I.N. Sneddon, Proc. Cambridge Philos. Soc. 41, 12 (1945).
50. ГОСТ 9012-59 Металлы. Метод измерения твердости по Бринеллю.
51. ГОСТ 9013-59 Металлы. Метод измерения твердости по Роквеллу.
52. ГОСТ 22975-78 Металлы и сплавы. Метод измерения твердости по Роквеллу при малых нагрузках (по Супер-Роквеллу).
53. ГОСТ 2999-75 Металлы и сплавы. Метод измерения твердости по Виккерсу.
54. ГОСТ Р ИСО 6507-1-2007 Металлы и сплавы. Измерение твердости по Виккерсу. Часть 1. Метод измерения.
55. ГОСТ Р 8.695-2009 ГСИ. Металлы и сплавы. Измерения твердости по Виккерсу. Часть 2. Поверка и калибровка твердомеров.
56. ГОСТ 9450-76 (СТ СЭВ 1195-78) Измерение микротвердости вдавливанием алмазных наконечников.

57. ISO 16859-1:2013 Metallic materials – Leeb hardness test - Part 1: Test method.
58. ISO 16859-2:2013 Leeb hardness test - Part 2: Verification and calibration of the testing machines.
59. ISO 16859-3:2013 Metallic materials - Leeb hardness test - Part 3: Calibration of reference test blocks.
60. ASTM A1038-05 Standard Practice for Portable Hardness Testing by Ultrasonic Contact Impedance Method.
61. D.Tabor, Proc R. Soc A 192, 257 (1948).
62. N.A. Stillwell and D. Tabor, Proc. Phys. Soc. London 78, 169 (1961).
63. А.П. Терновский, В.П. Алехин, М.Х. Шорошов, М.М. Хрущев, В.Н. Скворцов, Завод. Лаб. 39, 1242 (1973).
64. С.И. Булычев, В.П. Алехин, М.Х. Шорошов, М.М. Хрущев, А.П. Терновский, и Г.Д. Шнырев, Завод. Лаб. 41, 1137 (1975)
65. С.И. Булычев, В.П. Алехин, М.Х. Шорошов, А.П. Терновский, Проблемы Прочн. 9, 79 (1976).
66. М.Х. Шорошов, С.И. Булычев, В.П. Алехин, Сов. Физ. Докл. 26, 769 (1982).
67. С.И. Булычев, В.П. Алехин, Завод. Лаб. 53,76 (1987).
68. С.И. Булычев, В.П. Алехин, Испытание материалов непрерывным вдавливанием.Машиностроение, М. 1990.
69. А.С. Fischer-Cripps, Nanoindentation, Springer Science+Business Media, LLC, 2011, p. 107.
70. R.B. King, Elastic analysis of some punch problems for a layered medium, Int. J. Solid Structures, 1987, 23, pp. 1657-1664.
71. К.О. Kese, Z.C. Li, B. Bergman, Method to account for true contact area in soda-lime glass during nanoindentation with the Berkovich tip, Materials Science and Engineering A, 2005, 404, pp. 1–8.
72. M.F. Doerner and W.D. Nix, J. Mater. Res. 1,601 (1986).
73. W.C. Oliver, G.M. Pharr. J. Mater. Res. 7, 1572 (1992).

74. Oliver W. C., Pharr G. M. *J. Mater. Res.* 2004. V. 19. N 1. P. 3 – 20.
75. Григорович В. К. *Твердость и микротвердость металлов*. М.: Наука, 1976.
76. Гоголинский К.В., Кондратьев А.В., Потапов А.И., Сясько В.А., Уманский А.С., *Методические и метрологические аспекты измерения механических свойств материалов методом инструментального индентирования*, *Контроль. Диагностика*, 2016, №8, С. 16-21.
77. Потапов А.И., Гоголинский К.В., Уманский А.С., Кондратьев А.В. *Влияние специфики упруго-пластической и хрупкой деформации материалов на результаты измерений механических свойств методом инструментального индентирования* *Инновации на транспорте и в машиностроении: сборник трудов III международной научно-практической конференции. Том IV*, СПб.: Национальный минерально-сырьевой университет «Горный», 2015, С. 38-40.
78. Потапов А.И., Гоголинский К.В., Уманский А.С., Кондратьев А.В., *Косвенная оценка функции формы индентора для расчета механических свойств изделий по методу инструментального индентирования* *Инновации на транспорте и в машиностроении: сборник трудов IV международной научно-практической конференции. Том IV*, СПб.: Национальный минерально-сырьевой университет «Горный», 2016, С. 42-45.
79. Потапов А.И., Гоголинский К.В., Уманский А.С., Кондратьев А.В., *Косвенная оценка функции формы индентора для контроля физико-механических свойств методом инструментального индентирования* *Контроль. Диагностика* №2, 2017, С. 28-32.
80. Сясько В.А., Уманский А.С., Кондратьев А.В. *Измерение механических свойств методом инструментального индентирования. Методические и метрологические аспекты. Оценка функции формы индентора* *XXI Всероссийская конференция по неразрушающему контролю и технической диагностике: сборник трудов*, 2017, С. 312-315.

81. Усеинов С.С., Соловьев В.В., Гоголинский К.В. и др. Особенности применения метода наноиндентирования для измерения твердости на наномасштабе // Нанотехника №1(13). 2008. с.111-115.

82. Constanta [Электронный ресурс] // URL: http://constanta.ru/catalog/oborudovanie_dlya_mikro_nano_mekhanicheskikh_izmereniya_i_ispytaniy/mikro_nanotverdomer_s_funktsiyei_skretch_testirovaniya/ (дата обращения: 12.01.2018).

83. Шипша В.Г. и др. Особенности неразрушающего контроля физико-механических характеристик компонентов УУКМ методом инструментального индентирования // Сборник трудов 1-й дистанционной научно-технической конференции НККМ–2014 «Приборы и методы неразрушающего контроля качества изделий и конструкций из композиционных и неоднородных материалов». — Санкт-Петербург: Свен, 2015.- С.77-86.

84. Потапов А.И., Гоголинский К.В, Уманский А.С., Новые возможности измерения локальных механических характеристик композиционных материалов методом инструментального индентирования// Сборник трудов 1-й дистанционной научно-технической конференции НККМ-2014 «Приборы и методы неразрушающего контроля качества изделий и конструкций из композиционных и неоднородных материалов», Санкт-Петербург: Свен, 2015, С. 68-76.

85. Гоголинский К.В., Уманский А.С., Особенности измерения локальных механических свойств углепластиковых материалов методом инструментального индентирования, Инновации на транспорте и в машиностроении: сборник трудов III международной научно-практической конференции. Том IV, СПб.: Национальный минерально-сырьевой университет «Горный», 2015, С. 100-102.

86. Гоголинский К.В., Шипша В.Г., Сясько В.А., Уманский А.С., Васильев В.А. Применение метода инструментального индентирования для определения упругих характеристик армирующих компонентов пространственно-

армированных углерод-углеродных материалов // Естественные и технические науки, 2018. №4(118). С. 201-205.

87. Шипша В.Г., Васильев В.А., Регер А.С. Особенности определения механических характеристик компонентов УУКМ методом кинетического индентирования. В кн.: Сборник материалов VI Международной конференции с элементами научной школы для молодежи «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества». 2016.- С. 212-213.

88. Голованов А.Н, Бережной Д.В. Метод конечных элементов в механике деформируемых твердых тел. - Казань: ДАС, 2001. – 300 с.

89. Басов К.А. ANSYS Справочник пользователя. – Москва: ДМК, 2005. – 639 с.

Приложение А

Утверждаю
главный инженер
ООО "КОНСТАНТА"
Булатов А.С.

"04" *апреля* 2018 г.



Заключение
о внедрении результатов диссертационного исследования
Уманского Александра Сергеевича

Алгоритмы и методики разработанные в ходе диссертационного исследования А.С. Уманского на тему: «Контроль механических свойств пространственно-армированных углерод-углеродных композиционных материалов методом инструментального индентирования», представленного на соискание ученой степени кандидата технических наук, использованы в практике деятельности ООО «КОНСТАНТА» при производстве, калибровке и эксплуатации микро/нано твердомеров серии «Константа-МНТ».

A handwritten signature in blue ink, appearing to be "В.Б. Корзаков".

Начальник производства
Корзаков В.Б.

Приложение Б



Учреждение науки
**«ИНЖЕНЕРНО-КОНСТРУКТОРСКИЙ ЦЕНТР
 СОПРОВОЖДЕНИЯ ЭКСПЛУАТАЦИИ КОСМИЧЕСКОЙ ТЕХНИКИ»**
 (Учреждение науки ИКЦ СЭКТ)

197343, Санкт-Петербург, ул. Матроса Железняка, д. 57, лит. А
 тел./факс (812) 640-66-92, 640-66-94
 ИНН/КПП 7825684957/781401001
 www.ikc-sekt.ru, e-mail: iksektspb@ya.ru, ikcsever2@yandex.ru

Утверждаю
 Заместитель директора
 по НИОКР
 Учреждения науки ИКЦ СЭКТ

Быченок В.А.

2018 г.



Справка

о внедрении результатов диссертационного исследования
 Уманского Александра Сергеевича

Результаты диссертационного исследования А.С. Уманского на тему: «Контроль механических свойств пространственно-армированных углерод-углеродных композиционных материалов методом инструментального индентирования», представленного на соискание ученой степени кандидата технических наук, использованы при решении задач Учреждения науки «Инженерно-конструкторский центр сопровождения эксплуатации космической техники». В практической деятельности Учреждения науки ИКЦ СЭКТ продуктивно использованы:

- физико-математическая модель для контакта индентора с армирующим стержнем УУКМ;
- методика контроля продольного модуля упругости стержней пространственно-армированных УУКМ;
- алгоритм расчета расширенной неопределенности результатов измерений.

Начальник исследовательской
 лаборатории НК

Шипша В.Г.