

INSTRUMENTOVANÁ INDENTACE ČÁSTICOVÉHO KOMPOZITU WHA: EXPERIMENTÁLNÍ A NUMERICKÁ STUDIE

Aleš Materna*, Jaroslav Čech, Ondřej Kovářík

*ČVUT v Praze, Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská, Katedra materiálů,
Trojanova 13, 120 00 Praha 2*

Abstrakt

Instrumentovaná indentace umožňuje dle zvolené hloubky vtisku stanovit jak makroskopické mechanické vlastnosti celého kompozitu, tak vlastnosti jednotlivých fází. V práci jsou prezentovány výsledky měření indentační tvrdosti i indentačního modulu pružnosti wolframové pseudoslutiny WHA se sférickými částicemi wolframu v matrici na bázi niklu. Současně je pomocí metody konečných prvků modelován vliv materiálového rozhraní pod a vedle indentoru na dosažené hodnoty tvrdosti a indentačního modulu pružnosti v závislosti na hloubce vtisku.

1. Úvod

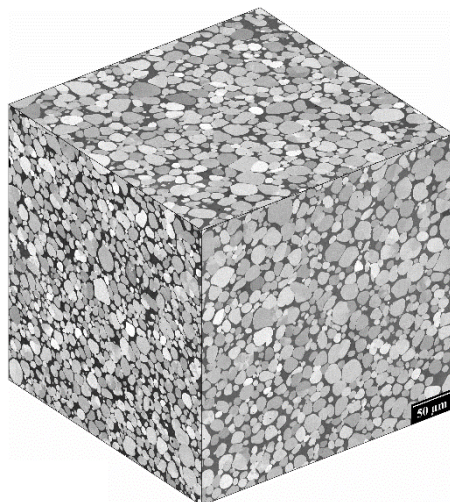
WHA (tungsten heavy alloys) jsou materiály s vysokým obsahem wolframu a nízkým množstvím ostatních kovových prvků (např. Ni, Fe, Cu). V mnoha aspektech si tak ponechávají žádané vlastnosti wolframu, jako jsou vysoká hustota, vysoký modul pružnosti, vysoké odstínění radioaktivního záření, ale zároveň přidávají jiné jako např. vyšší houževnatost [1] a obrobitelnost. Předmětem zkoumání této práce je WHA vyrobený technologií žárového stříkání ze směsi wolframového a niklového prášku. Výsledný materiál je typově částicový kompozit tvořený tvrdými sférickými částicemi wolframu v houževnaté matrici na bázi niklu.

V příspěvku jsou prezentovány výsledky měření tvrdosti a modulu pružnosti pomocí instrumentované indentace. Výsledné hodnoty jsou závislé na hloubce vtisku indentoru, která určuje objem pod indentorem s různým zastoupením obou složek kompozitu, který je rozhodující pro elastoplastickou odezvu materiálu při indentaci. Experimentální měření je doplněno jednoduchou parametrickou MKP studií, která dává základní představu o vlivu blízkého materiálového rozhraní s Ni matricí na stanovené hodnoty indentační tvrdosti a indentačního modulu pružnosti W částice.

2. Materiál WHA

Nástřík zkoumaného kompozitu byl deponován na grafitový substrát pomocí přístroje TekSpray 15 využívající radiofrekvenčního indukčně vázaného plazmatu. Výchozí směs pro depozici obsahovala 90 % hm. podílu wolframového prášku a 10 % hm. podílu prášku z niklu. Výkon hořáku 15 kW byl takový, že se nikl při depozici zcela roztavil (a částečně i odpařil), zatímco wolframový prášek se díky vyšší teplotě tání pouze natavil. Výsledná struktura kompozitu na obr. 1 je izotropní a je tvořena přibližně sférickými částicemi wolframu v matrici z tuhého roztoku Ni a W. Obsah Ni po depozici klesl na výsledných 7,7 % hmotnosti kompozitu. Medián velikosti wolframových částic je 26,5 μm.

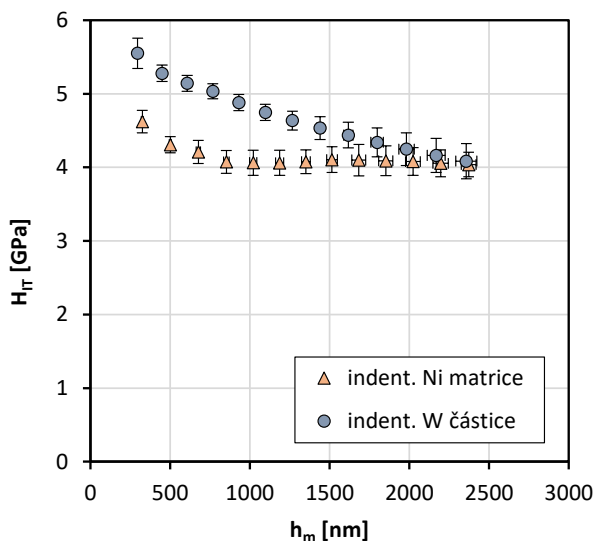
* tel. +420 778 534 594, e-mail: ales.materna@jfifi.cvut.cz



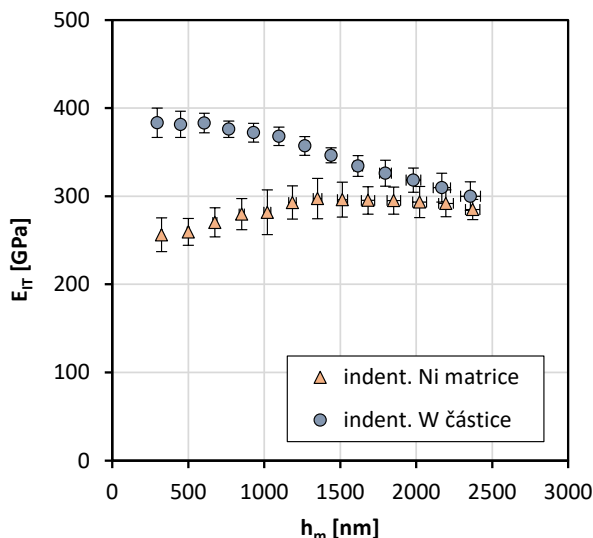
Obr. 1. 3D mikrostruktura částicového kompozitu WHA.

3. Instrumentovaná indentace WHA

Instrumentovaná indentace byla provedena pomocí nanoindentoru NHT firmy Anton Paar vybaveného Berkovichovým indentorem. Tvrdost H_{IT} a indentační modul E_{IT} byly stanoveny z křivky indentační síla P – hloubka vtisku h v souladu s ISO 14577 [2] metodou Olivera a Pharra [3]. Každá složka kompozitu byla charakterizována minimálně 7×, přičemž v jednom místě byla provedena opakovaná indentace s postupně narůstající zátěžnou silou a částečným odlehčením. To pro každé zvolené místo umožňovalo sledovat vývoj mechanickým vlastností s rostoucí maximální hloubkou vtisku h_m . Výsledky měření tvrdosti H_{IT} v závislosti na h_m jsou pro obě složky kompozitu na obr. 2, výsledky měření E_{IT} jsou na obr. 3.



Obr. 2. Průběh naměřených hodnot tvrdosti v závislosti na hloubce vtisku.



Obr. 3. Průběh naměřených hodnot indentačního modulu v závislosti na hloubce vtisku.

4. MKP simulace indentace WHA

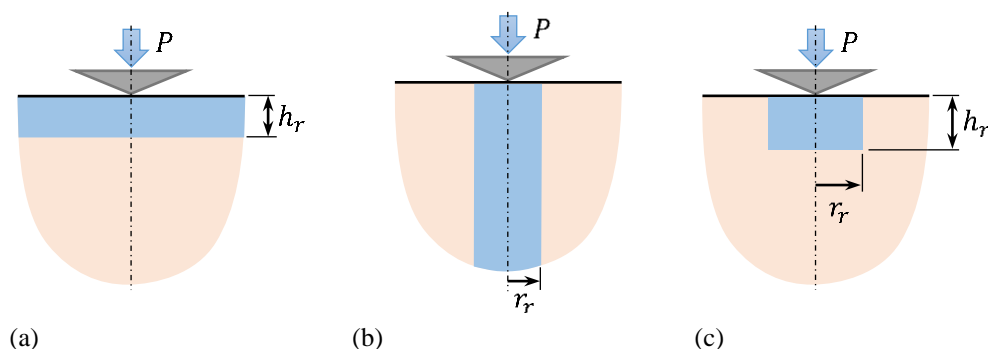
MKP model indentační zkoušky byl navržen s ohledem na provedení série 40 výpočtů parametrické studie vlivu velikosti hloubky vtisku při různých konfiguracích rozhraní wolframová částice – niklová matrice. V zjednodušeném 2D rotačně symetrickém modelu byl rotačně nesymetrický trojboký jehlan Berkovichova indentoru nahrazen ekvivalentním kuželovým indentorem, jehož polovina vrcholového úhlu je rovna $70,3^\circ$. Velikost tohoto úhlu byla volena tak, aby průměty vtisků od obou indentorů měly stejnou plochu při stejné hloubce vtisku. Dalším zjednodušením byl předpoklad dokonale tuhého indentoru. Koeficient tření mezi diamantovým indentorem a materiálem byl volen 0,16 [4]. Úloha byla plně nelineární s předpokladem velkých deformací a plastickým chováním jednotlivých složek. Deformační odezva W a Ni byla předpokládána bilineární s parametry podle tab. 1.

Tab. 1. Parametry bilineární závislosti napětí – deformace pro obě složky částicového kompozitu WHA.

Materiál	Youngův modul pružnosti [GPa]	Poissonovo číslo [-]	Mez kluzu [MPa]	Modul zpevnění [GPa]
W	400	0,28	800	10
Ni	200	0,31	100	10

Rotačně symetrický model umožňoval studii těchto 3 typů idealizovaných rozhraní wolframová částice – niklová matrice:

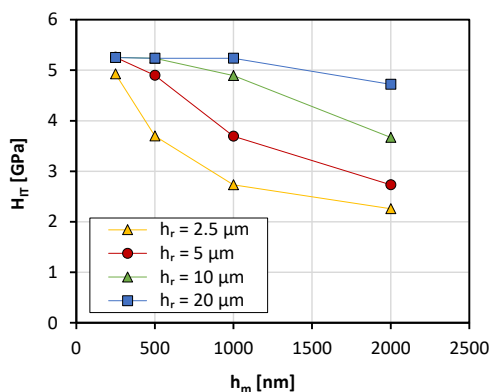
- tenká vrstva o různé tloušťce odpovídající poloměrům různě velikých wolframových částic (rozhraní rovnoběžné s indentovaným povrchem v hloubkách $h_r = 2 \mu\text{m}$, $5 \mu\text{m}$, $10 \mu\text{m}$ a $20 \mu\text{m}$, viz schéma na obr. 4a),
- tenký válec nekonečné výšky o různém poloměru odpovídajícímu rozměrům wolframových částic (rozhraní paralelní se směrem indentace ve vzdálenosti $r_r = 2 \mu\text{m}$, $5 \mu\text{m}$, $10 \mu\text{m}$ a $20 \mu\text{m}$ od osy indentoru, viz obr. 4b),
- válec stejné výšky a tloušťky odpovídající typickým rozměrům wolframových částic (kombinace rozhraní z prvních dvou případů, viz obr. 4c).



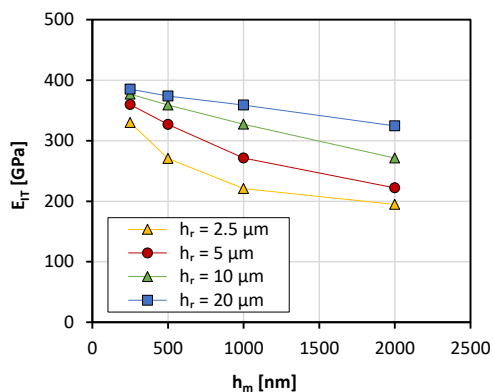
Obr. 4. Schémata 3 idealizací indentace wolframu pro MKP studii

Pro všechny geometrické konfigurace byly zvažovány 4 úrovně hloubek vtisku $h_m = 250$ nm, 500 nm, 1000 nm a 2000 nm.

Výsledky simulací pro všechny 3 konfigurace materiálových rozhraní a pro 4 úrovně h_m jsou na obr. 5–10.



Obr. 5. Simulované hodnoty tvrdosti pro W v závislosti na hloubce vtisku pro různé vzdálenosti materiálového rozhraní h_r od indentovaného povrchu (viz obr. 4a).



Obr. 6. Simulované hodnoty indentačního modulu pružnosti pro W v závislosti na hloubce vtisku pro různé vzdálenosti materiálového rozhraní h_r od indentovaného povrchu (viz obr. 4a).

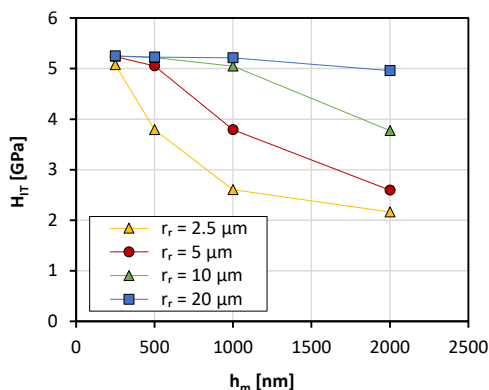
5. Diskuse výsledků

Při nejvyšších úrovních zatížení (nejvyšších hloubkách vtisku) jsou naměřené hodnoty H_{IT} a E_{IT} pro obě indentované fáze (složky kompozitu) blízké, protože deformovaná oblast pod indenterem již určitě zahrnuje obě fáze. Hodnoty H_{IT} se blíží k 4,1 GPa (obr. 2) a hodnoty E_{IT} se pohybují okolo 300 GPa (obr. 3). To je v souladu i se simulovanými daty na obr. 5–8, kde při nejvyšších hloubkách vtisku je těchto výsledků dosahováno pro vzdálenosti vrcholu indentoru od materiálových rozhraní 10–20 μm , což odpovídá typickému poloměru částice wolframu.

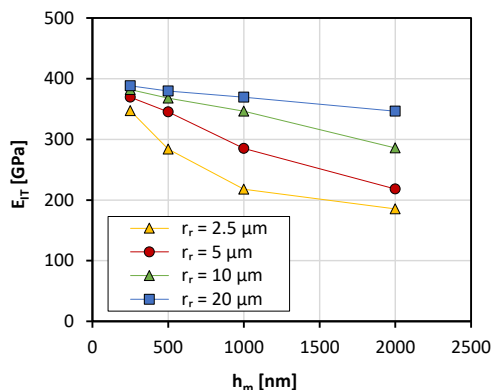
S klesající úrovní zatížení až k hloubkám vtisku cca 1,2 μm se hodnoty H_{IT} a E_{IT} získané indentací wolframu zvyšují, kdežto hodnoty získané indentací niklové matrice se prakticky nemění. To je dáno pravděpodobně tím, že vzhledem k malému objemovému zastoupení matrice

v kompozitu je obtížné nalézt místo pro indentaci, které by nebylo při těchto hloubkách vtisku ovlivněno blízkou tvrdou částicí wolframu. O tom svědčí i obecně větší rozptyl naměřených hodnot pro matici.

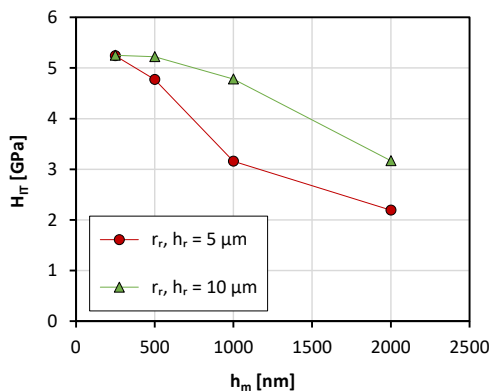
Další pokles zatížení vede pro wolframovou částici ke zvýšení hodnoty E_{IT} až k hodnotě 383 GPa a pro niklovou matici k poklesu E_{IT} k hodnotě 256 GPa. V obou případech už změna mezi dvěma nejmenšími hloubkami vtisku vede ke změně indentačního modulu pružnosti pouze v jednotkách GPa. Experimentálně stanové hodnotě $E_{IT} = 383$ GPa pro W částici se blíží i simulované hodnoty na obr. 6, 8 a 10 při hloubce vtisku $h_m = 250$ nm a vzdálenosti rozhraní více než $10 \mu\text{m}$. U tvrdosti je situace odlišná. U obou fází tvrdost s malou hloubkou vtisku roste, což je ale často pozorovaný jev i pro homogenní materiály (tzv. „indentation size effect“, [5]). Tento jev se běžnými kontinuitními modely nedá postihnout, a tak není zahrnut ani i u simulovaných hodnot H_{IT} na obr. 5, 7 a 9, které tak dosahují nižších hodnot.



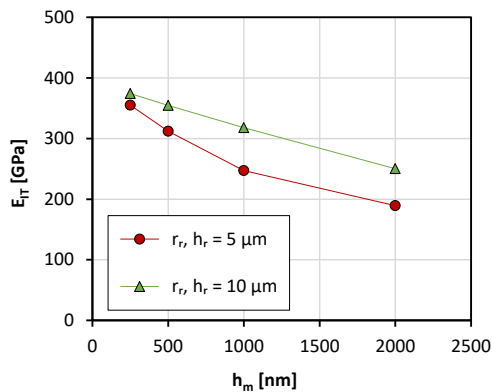
Obr. 7. Simulované hodnoty tvrdosti pro W v závislosti na hloubce vtisku pro různé vzdálenosti materiálového rozhraní r_r od osy indentoru (viz obr. 4b).



Obr. 8. Simulované hodnoty indentačního modulu pružnosti pro W v závislosti na hloubce vtisku pro různé vzdálenosti materiálového rozhraní r_r od osy indentoru (viz obr. 4b).



Obr. 9. Simulované hodnoty tvrdosti v závislosti na hloubce vtisku pro dvě různé velikosti válcové W částice (viz obr. 4c)



Obr. 10. Simulované hodnoty indentačního modulu pružnosti v závislosti na hloubce vtisku pro dvě různé velikosti válcové W částice (viz obr. 4c).

6. Závěr

V práci byla zkoumána závislost tvrdosti a indentačního modulu pružnosti na hloubce vtisku pro kompozit tvořený tvrdými částicemi wolframu v houževnaté matici na bázi niklu. Výsledky experimentálních měření a zjednodušené parametrické MKP studie lze shrnout v následujících bodech:

1. Při hloubce vtisku větší než 2 μm (což odpovídá přibližně desetíně průměru typické částice kompozitu) nepřesahuje rozdíl v naměřených hodnotách tvrdosti H_{IT} a indentačního modulu pružnosti E_{IT} pro jednotlivé složky kompozitu 10 %. Průměrné hodnoty $H_{IT} = 4.1 \text{ GPa}$ a $E_{IT} = 300 \text{ GPa}$ tak lze považovat za makroskopické hodnoty kompozitu.
2. Při nejnižší hloubce vtisku cca 300 nm (přibližně setina průměru částice) charakterizuje změřená hodnota E_{IT} modul pružnosti jednotlivých složek: pro částici W to je 383 GPa, pro matici na bázi niklu 256 GPa. U takto nízkých hloubek vtisku se u měření tvrdosti projevuje „indentation size effect“, přičemž tvrdost jednotlivých složek nelze charakterizovat jednou hodnotou H_{IT} a srovnávat je s výsledky simulací založených na mechanice kontinua
3. Parametrická MKP studie vede k závěru, že neznalost rozměru indentované částice především ve směru indentace vnáší nejistotu do změřených hodnot tvrdosti i modulu pružnosti. U hodnot E_{IT} je pozorována nejistota i u nejmenších hloubek vtisku.

Poděkování

Autoři práce by rádi poděkovali pracovníkům Ústavu fyziky plazmatu AV ČR, v.v.i. za výrobu materiálu WHA. Experimentální část této práce byla podpořena grantem SGS č. SGS21/168/OHK4/3T/14.

Literatura

- [1] Rittel D, Weisbrod G. Dynamic fracture of tungsten base heavy alloys. *International Journal of Fracture*, 112(1), pp. 87–98, 2001.
- [2] ISO 14577-1:2015, Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters – Part 1: Test method.
- [3] Oliver, W.C., Pharr, G.M.: Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *Journal of Materials Research*, 19(1), pp. 3-20, 2004.
- [4] Tabor, D.: *Hardness of Metals*, Clarendon Press, Oxford, 1951.
- [5] Nix, W.D., Gao, H.: Indentation size effects in crystalline materials: A law for strain gradient plasticity. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 46(3), pp. 411–425, 1998.